

Controlo da Qualidade: Auditorias Técnicas em Laboratórios Químicos

Ana Mafalda Silva Pereira da Costa

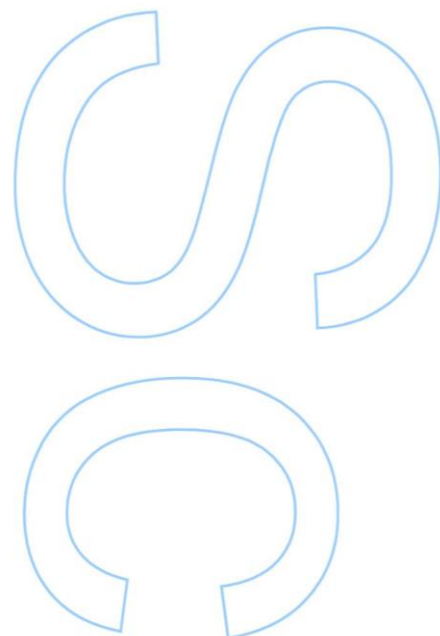
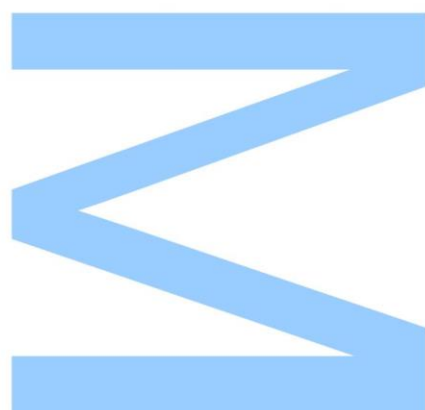
Mestrado em Bioquímica
Departamento Química e Bioquímica
2017

Orientador (Faculdade)

Nuno Filipe da Cruz Baptista Mateus, Professor Associado,
Faculdade de Ciências, Universidade do Porto

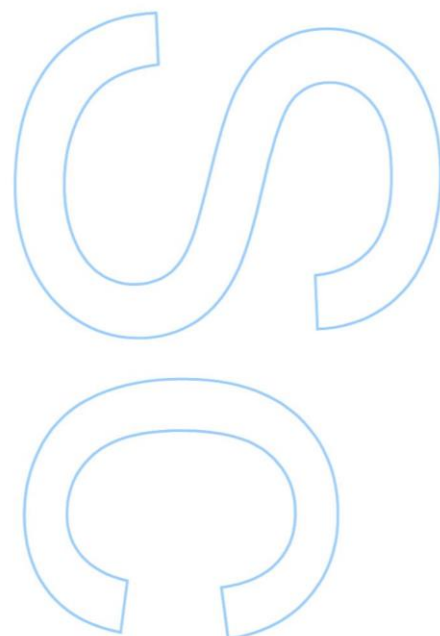
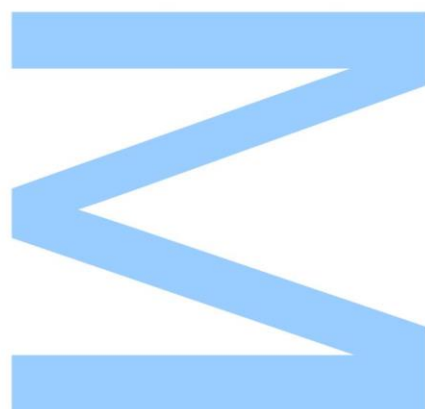
Orientador (Empresa)

André Oliveira, Engenheiro Alimentar,
Silliker Portugal S.A.





Todas as correções determinadas
pelo júri, e só essas, foram efetuadas.
O Presidente do Júri,
Porto, ____/____/____



Agradecimentos

Agradeço a todos aqueles que, direta ou indiretamente, me acompanharam neste percurso e contribuíram para o desenvolvimento deste trabalho, tornando-o numa experiência enriquecedora.

Agradeço ao Eng.º André Oliveira e à Liliana Silva por toda a dedicação, orientação, paciência e simpatia que demonstraram durante todo este trabalho e por todo o conhecimento transmitido. À Dr.ª Alice Santos e à Silliker pela oportunidade para a realização deste estágio. Ao Prof. Nuno Mateus pela orientação prestada durante o estágio.

A toda a equipa Silliker pelo carinho e amizade, querendo salientar e agradecer toda a disponibilidade que todas as analistas sempre demonstraram, por todo o saber partilhado e toda a ajuda prestada.

Gostaria também de agradecer aos meus amigos, pela grande amizade, força e apoio. E às grandes amigas Tânia, Rita e Rita que este estágio me deu.

Por último, agradeço aos meus pais pelo acompanhamento e apoio nesta etapa, pois sem eles nada disto teria sido possível.

A todos o meu sincero obrigado!

Resumo

Auditoria e qualidade são temas bastantes atuais e essenciais para a sobrevivência de uma organização devido à exigência do mercado, daí a escolha do tema deste trabalho. Este estágio, com a duração de 9 meses, foi desenvolvido na Silliker Portugal, S.A., que pertence ao grupo Mérieux NutriSciences. Esta é uma empresa independente de prestação de serviços para o setor agroalimentar, líder mundial na prestação de serviços para a melhoria da qualidade e segurança alimentar. O objetivo do presente trabalho foi a realização de auditorias técnicas a métodos de ensaio acreditados e não acreditados. Apresenta, inicialmente, uma introdução à empresa onde foi efetuado o estágio e o enquadramento do trabalho. É feita uma abordagem teórica sobre as temáticas: acreditação, requisitos da norma NP EN ISO/IEC 17025 e auditorias, sendo de seguida apresentados os resultados das auditorias realizadas.

Atualmente, é imperativa a necessidade de criar hábitos de vida mais saudáveis que contribuam para o bem-estar da população, de modo a diminuir o risco de aparecimento de doenças e aumentar a esperança média de vida. A crescente preocupação dos consumidores relativamente ao consumo de géneros alimentícios seguros foca a importância das análises laboratoriais. Além da atual realidade do mercado mundial, marcado pela globalização, pela concorrência, pelas mudanças constantes e pelos critérios legais restritos. Desta forma surge a necessidade de confiança nos laboratórios, que a transmitem através da acreditação. Esta transmite ao mercado confiança acrescida, pois significa que o laboratório se encontra organizado segundo princípios e práticas mais adequados. A Silliker é um laboratório acreditado segundo o referencial normativo NP EN ISO/IEC 17025, que exige um rigoroso controlo da qualidade das análises efetuadas. Esta norma é dividida em dois grupos de requisitos, de gestão e técnicos.

Um dos requisitos de gestão da norma NP EN ISO/IEC 17025 é a necessidade de realizar periodicamente auditorias internas, de forma a verificar se as atividades realizadas continuam a satisfazer os requisitos do Sistema de Gestão. As auditorias da qualidade são uma ferramenta muito utilizada para avaliar a eficácia do sistema de gestão, identificando oportunidades de melhoria. Nas auditorias técnicas é possível verificar se o procedimento é seguido pela analista, bem como rastrear todo o controlo da qualidade associado ao método (por exemplo: participações em ensaios de comparação interlaboratorial (ECI) e/ou a utilização de daily process control samples (DPCS)).

No laboratório de química clássica foram realizadas 16 auditorias, aos seguintes métodos:

- NP 1987:2002 - Determinação do teor de hidroxiprolina - Carnes e produtos cárneos;
- NP 475:1983 - Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda - Leites;
- PAFQ.363.0 - Determinação de colagénio - Carnes e produtos cárneos;
- PAFQ.232.1 - Determinação de matéria gorda total pelo método ANKOM - Géneros alimentícios e alimentos para animais;
- NP 1614-1:2009 - Determinação do teor de humidade - Carnes e produtos cárneos;
- EN ISO 8968-1:2014 - Determinação do teor de proteína bruta pela técnica de Kjeldhal - Leites;
- ISO 3960:2010 - Determinação do valor de peróxido por determinação do ponto final iodométrico - Gorduras e óleos animais e vegetais;
- ISO 660:2009 - Determinação da acidez - Gorduras e óleos animais e vegetais;
- NP 1841-2:2009 - Determinação do teor de azoto de trimetilamina pelo método espectrofotométrico - Produtos de pesca e da aquicultura;
- PAFQ.211.0 - Determinação do resíduo seco solúvel pelo método refratométrico;
- PAFQ.069B.2 - Determinação de matéria gorda total por Hidrotec;
- PAFQ.996.1 - Cálculo de hidratos de carbono e energia;
- ISO 3961:2013 - Determinação do valor de iodo - Gorduras e óleos animais e vegetais;
- NP 1152:1975 - Determinação da cinza total - Especiarias;
- NP EN ISO 5983-2:2009 - Determinação do teor de azoto e cálculo do teor de proteína bruta pelo método de mineralização em bloco e destilação pelo vapor - Alimentos para animais;
- NP 3294:2005 - Determinação do teor de matéria gorda pela técnica de Rose Götlielb - Gelados alimentares e misturas embaladas para congelar.

No laboratório de métodos de análise instrumental foi auditado o método:

- EN 12822:2014 – Determinação de vitamina E por cromatografia líquida de alta eficiência – Foodstuffs.

Após a realização das auditorias é feito um relatório onde são registadas todas as constatações, sendo depois analisadas de modo a ser elaborado um plano de ações corretivas onde se determinam as causas das constatações e respetivas correções a implementar.

Palavras chave: Qualidade; NP EN ISO/IEC 17025; Acreditação; Auditorias Técnicas.

Abstract

Audit and quality are very actual themes and are essential to the survival of any organization due to the market restrictions, hence the importance of this project. This internship had the duration of 9 months and took place in Silliker Portugal, S. A., which belongs to the Mérieux NutriSciences group. Silliker is an independent company and an international leader regarding food safety, quality and the agro food business. The main goal of this project was the realization of technical audits to credited and non credited methods. It initially presents a company's introduction and an overall summary of the work developed during the internship. There is a theoretical approach to the following themes: accreditation, requirements of the norm NP EN ISO/IEC 17025 and audits. The results attained are after-mentioned in this document.

It is imperative nowadays to adopt and create healthier lifestyles that promote the well-being of the population, in order to avoid and diminish the occurrence of diseases and to increase life expectancy. The increasing concerns of consumers regarding the safety of foodstuff highlights the need and importance of lab analysis. Furthermore the reality of the current global market, defined by globalization, fierce competition, constant changes and the hyper restrict legal criteria. Thus, it's essential to trust the labs used, and this trust is only given by the accreditation. Accreditation gives the market an added trust as it bears a fundamental meaning: the accredited laboratory is organized according to more adequate principles and practices. Silliker is an accredited lab according to the normative referential NP EN ISO/IEC 17025, which demands a rigorous quality control of the analysis made. This norm is divided in two groups of requirements: management and technical.

One of the management requirements of the norm NP EN ISO/IEC 17025 is the need to make periodical internal audits, in order to verify whether the developed activities still satisfy the Management System's requirements. Quality audits are frequently used as a way to evaluate the Management System efficiency and to identify possible improvements. In technical audits it's possible to verify if the procedure is followed by the analyst, as well as track all quality control associated with the method (eg. participation in interlaboratorial comparison essays (ICE) and/or the use of daily process control samples (DPCS)).

In the classic chemistry laboratory, 16 audits were carried out, at the following methods:

- NP 1987:2002 - Determination of hydroxyproline content - Meat and meat products;

- NP 475:1983 - Determination of dry residue and dry residue free of fat - Milk;
- PAFQ.363.0 - Determination of collagen - Meat and meat products;
- PAFQ.232.1 - Determination of total fat by the ANKOM method - Foodstuffs and animal feed;
- NP 1614-1: 2009 - Determination of moisture content - Meat and meat products;
- EN ISO 8968-1: 2014 - Determination of crude protein content by the Kjeldhal method - Milk;
- ISO 3960: 2010 - Determination of peroxide value by determination of the iodometric end point - Animal and vegetable fats and oils;
- ISO 660: 2009 - Determination of acidity - Animal and vegetable fats and oils;
- NP 1841-2: 2009 - Determination of trimethylamine nitrogen content by the spectrophotometric method - Fishery and aquaculture products;
- PAFQ.211.0 - Determination of the residue dry matter by the refractometric method;
- PAFQ.069B.2 - Determination of total fat by Hidrotec;
- PAFQ.996.1 - Calculation of carbohydrates and energy;
- ISO 3961: 2013 - Determination of iodine value - Animal and vegetable fats and oils;
- NP 1152: 1975 - Determination of total ash - Spices;
- NP EN ISO 5983-2: 2009 - Determination of nitrogen content and crude protein content calculation by the block mineralization and vapor distillation method - Animal feed;
- NP 3294: 2005 - Determination of fat content by the Rose Göttlieb technique - Food ice creams and packaged mixtures for freezing.

In the laboratory of methods of instrumental analysis the method was audited:

- EN 12822: 2014 - Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography – Foodstuffs.

After the audits are done, a report is made in which all the notes are taken and analyzed for the posterior creation of a corrective actions plan where there are determined the causes of the notes and their respective corrections.

Key words: Quality; NP EN ISO/IEC 17025; Accreditation; Technical audits.

Índice

Agradecimentos.....	iii
Resumo	iv
Abstract	vii
Lista de símbolos, unidades e abreviaturas	xvii
1 Introdução.....	19
1.1 A empresa.....	19
1.2 Enquadramento do estágio	22
2 Acreditação.....	25
2.1 Calibração de equipamentos de medição física.....	27
2.2 Calibração analítica	28
2.2.1 Limites de Detecção e Quantificação.....	29
2.3 Controlo da qualidade em análises químicas	30
2.3.1 Controlo da Qualidade Externo	31
2.3.2 Controlo da Qualidade Interno	33
2.4 Resultados de análises químicas	35
2.4.1 Validação Técnica de Resultados	35
2.4.2 Apresentação Técnica de Resultados.....	36
3 NP EN ISO/IEC 17025.....	37
3.1 Organizações Europeias e Internacionais	39
3.2 Organizações Portuguesas	40
3.3 Requisitos de gestão da NP EN ISO/IEC 17025.....	41
3.3.1 Organização	41
3.3.2 Sistema de gestão	41
3.3.3 Controlo dos documentos	43
3.3.4 Análise de consultas, propostas e contratos	45
3.3.5 Subcontratação de serviços e calibrações	45

3.3.6 Aquisição de produtos e serviços.....	45
3.3.7 Serviço ao cliente.....	46
3.3.8 Reclamações	46
3.3.9 Controlo de trabalho de ensaio e/ou calibração não conforme.....	46
3.3.10 Melhoria	47
3.3.11 Ações corretivas	47
3.3.12 Ações Preventivas	48
3.3.13 Controlo dos registos	48
3.3.14 Auditorias internas	48
3.3.15 Revisões pela gestão.....	49
3.4 Requisitos técnicos da NP EN ISO/IEC 17025	50
3.4.1 Generalidade	50
3.4.2 Pessoal.....	50
3.4.3 Instalações e condições ambientais.....	51
3.4.4 Métodos de ensaio e calibrações e validação dos métodos.....	51
3.4.5 Equipamento.....	52
3.4.6 Rastreabilidade das medições	53
3.4.7 Amostragem	53
3.4.8 Manuseamento dos itens a ensaiar ou calibrar	54
3.4.9 Garantir a qualidade dos resultados de ensaio e de calibração	54
3.4.10 Apresentação dos resultados.....	54
4 Auditorias.....	56
4.1 Auditorias Internas	57
4.2 Auditorias realizadas	58
4.2.1 Auditorias no laboratório de química clássica	65
4.2.2 Auditorias no laboratório de métodos instrumentais de análise.....	83
5 Conclusões.....	85
6 Referências	87

7 Anexos.....	93
Anexo 1: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.	93
Anexo 2: NP 475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.	107
Anexo 3: PAFQ.363.0 Determinação de colagénio.....	116
Anexo 4: PAFQ.232.1 Géneros alimentícios e alimentos para animais. Determinação de matéria gorda total pelo método ANKOM.	121
Anexo 5: NP 1614-1:2009 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de humidade. Parte 1: Método de referência.....	129
Anexo 6: EN ISO 8968-1:2014 Leites. Determinação do teor de proteína bruta. Técnica de Kjeldhal.	137
Anexo 7: ISO 3960:2010 Animal and vegetable fats and oils – Determination of peroxide value – Iodometric (visual) endpoint determination.....	145
Anexo 8: ISO 660:2009 Animal and vegetable fats and oils – Determination of acid value and acidity.....	153
Anexo 9: NP 1841-2:2009 Produtos de pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto de trimetilamina (N-TMA). Parte 2: Método espectrofotométrico.....	160
Anexo 10: PAFQ.211.0 Determinação do resíduo seco solúvel. Método refratométrico.	173
Anexo 11: PAFQ.069B.2 Determinação de matéria gorda total.	179
Anexo 12: PAFQ.996.1 Cálculo de hidratos de carbono e energia.	187
Anexo 13: ISO 3961:2013 Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value.	193
Anexo 14: NP 1152:1975 Especiarias. Determinação da cinza total.	206
Anexo 15: NP EN ISO 5983-2:2009 Alimentos para animais. Determinação do teor de azoto e cálculo do teor de proteína bruta. Parte 2: Método de mineralização em bloco e destilação pelo vapor.	213
Anexo 16: NP 3294:2005 Gelados alimentares e misturas embaladas para congelar. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Rose Göttlieb – Método de referência.	223

Anexo 17: EN 12822:2014 Foodstuffs – Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography – Measurement of α -, β -, γ - and δ - tocopherol.....	236
---	-----

Índice de figuras

Figura 1. Mapa de laboratórios Mérieux NutriSciences.	20
Figura 2. Instalações da Silliker, no concelho de Vila Nova de Gaia.	21
Figura 3. Organigrama da Silliker ⁴	43
Figura 4. Evidência do preenchimento incorreto do impresso IQ.35.1 Manutenção do banho 9C.	66
Figura 5. Evidência da falta de registo da verificação do banho 16J no impresso IQ.112.5.	68
Figura 6. Evidência da lista de trabalho da analista relativa à pesagem da amostra nº 2016/089917 (leite em pó).	71
Figura 7. Evidência da falta de preenchimento do campo “Procedimento” e associação da sonda errada ao digestor de proteínas 118-A no impresso IQ.112.5.	72
Figura 8. Evidência da determinação dos limiares analíticos no impresso IQ.76.0AT, relativos à auditoria vertical.	75
Figura 9. Evidência do não cumprimento do arredondamento definido na norma no boletim analítico.	76
Figura 10. Evidência do erro gerado pelo arredondamento de um valor na fórmula definida no LIMS.	82

Índice de tabelas

Tabela 1. Tipos de requisitos presentes na NP EN ISO/IEC 17025.	38
Tabela 2. Suporte documental do SG da Silliker ⁴	42
Tabela 3. Matriz de relação entre a norma ISO/IEC 17025 e o SG da Silliker ⁴	44
Tabela 4. Estrutura do relatório de auditoria técnica utilizado na Silliker.	59
Tabela 5. Conjunto de auditorias realizadas no laboratório de química clássica.	64
Tabela 6. Conjunto de auditorias realizadas no laboratório de métodos instrumentais de análise.	64
Tabela 7. Relatório da auditoria técnica ao método NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.....	93
Tabela 8. Relatório da auditoria técnica ao método NP 475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.	107
Tabela 9. Relatório da auditoria técnica ao método PAFQ.363.0 Determinação de colagénio.	116
Tabela 10. Relatório da auditoria técnica ao método PAFQ.232.1 Géneros alimentícios e alimentos para animais. Determinação de matéria gorda total pelo método ANKOM.....	121
Tabela 11. Relatório da auditoria técnica ao método NP 1614-1:2009 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de humidade. Parte 1: Método de referência.	129
Tabela 12. Relatório da auditoria técnica ao método EN ISO 8968-1:2014 Leites. Determinação do teor de proteína bruta. Técnica de Kjeldhal.....	137
Tabela 13. Relatório da auditoria técnica ao método EN ISO 3960:2010 Animal and vegetable fats and oils – Determination of peroxide value – Iodometric (visual) endpoint determination.	145
Tabela 14. Relatório da auditoria técnica ao método EN ISO 660:2009 Animal and vegetable fats and oils – Determination of acid value and acidity.....	153
Tabela 15. Relatório da auditoria técnica ao método NP 1841-2:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto de trimetilamina (N-TMA). Parte 2: Método espectrofotométrico.	160
Tabela 16. Relatório da auditoria técnica ao método PAFQ.211.0 Determinação do resíduo seco solúvel. Método refratométrico.	173
Tabela 17. Relatório da auditoria técnica ao método PAFQ.069B.2 Determinação de matéria gorda total.	179

Tabela 18. Relatório da auditoria técnica ao método PAFQ.996.1 Cálculo de hidratos de carbono e energia.....	187
Tabela 19. Relatório da auditoria técnica ao método ISO 3961:2013 Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value, realizada à analista principal.	193
Tabela 20. Relatório da auditoria técnica ao método ISO 3961:2013 Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value, realizada à analista substituta.	199
Tabela 21. Relatório da auditoria técnica ao método NP 1152:1975 Especiarias. Determinação da cinza total.....	206
Tabela 22. Relatório da auditoria técnica ao método NP EN ISO 5983-2:2009 Alimentos para animais. Determinação do teor de azoto e cálculo do teor de proteína bruta. Parte 2: Método de mineralização em bloco e destilação pelo vapor.	213
Tabela 23. Relatório da auditoria técnica ao método NP 3294:2005 Gelados alimentares e misturas embaladas para congelar. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Rose Göttlieb – Método de referência.....	223
Tabela 24. Relatório da auditoria técnica ao método EN 12822:2014 Foodstuffs – Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography – Measurement of α -, β -, γ - and δ - tocopherol.....	236

Lista de símbolos, unidades e abreviaturas

BIPEA	Bureau Interprofessionnel des Etudes Analytiques
C	Conforme
CASCO	ISO's Committee on Conformity Assessment
CC	Carta de Controlo
CEN	European Committee for Standardization
CENELEC	European Committee for Electrotechnical Standardization
CQ	Controlo de Qualidade
DPCS	Daily Process Control Samples
ECI	Ensaio de Comparação Interlaboratorial
EGI	Sociedade de Engenharia e Gestão da Qualidade Industrial
EMA	Erro Máximo Aceitável
EN	Norma Europeia
ETSI	Instituto Europeu de Normalização de Telecomunicações
EU	União Europeia
FQ	Físico-Química
GQ	Garantia de Qualidade
HPLC	High Performance Liquid Chromatography
IAF	International Accreditation Forum
IEC	International Electrotechnical Commission
ILAC	International Laboratory Accreditation Cooperation
IPAC	Instituto Português de Acreditação
IPQ	Instituto Português da Qualidade
ISO	International Organization for Standardization
IQ	Impresso da Qualidade
LD	Limite de Detecção
LIMS	Laboratory Information Management System
LQ	Limite de Quantificação
MIA	Métodos Instrumentais de Análise
MQ	Manual da Qualidade
MR	Material de Referência
MRC	Material de Referência Certificado
MRI	Material de Referência Interno

NA	Não Aplicável
NC	Não Conformidade/Não Conforme
NIST	National Institute of Standards and Technology
NP	Norma Portuguesa
OMS	Organização Mundial de Saúde
PAFQ	Procedimentos relativos às análises físico-químicas
PAM	Procedimentos relativos às análises microbiológicas
PCE	Procedimentos relativos à calibração/verificação do equipamento
PCQ	Procedimentos relativos ao controlo da qualidade
PEQ	Procedimentos relativos à utilização do equipamento
PGL	Procedimentos gerais do laboratório
PGQ	Procedimentos de gestão da qualidade
PME	Procedimentos relativos à manutenção do equipamento
RSD	Relative Standard Deviation
SG	Sistema de Gestão
SGQ	Sistema de Gestão da Qualidade
SPQ	Sistema Português da Qualidade
SOP	Standard Operating Procedure
TMA	Trimetilamina
TLC	Thin Layer Chromatography
UV/VIS	Ultravioleta/Visível
VIM	Vocabulário Internacional de Metrologia
VM	Validação do método

1 Introdução

1.1 A empresa

A visão, missão e valores da Silliker representam o foco da empresa na melhoria da saúde pública, garantindo a segurança de uma vasta gama de produtos alimentares, farmacêuticos, cosméticos, agroquímicos e bens de consumo. Assim, a sua visão assenta no esforço por oferecer os melhores serviços aos clientes e a missão em apresentar soluções com segurança e qualidade. Os seus valores abrangem a integridade, excelência, responsabilidade e iniciativa. A integridade visa agir com ética, honestidade, trabalho em equipa e confiança. A excelência promove o conhecimento científico, focado no desempenho, de forma a garantir a melhor qualidade dos serviços. A responsabilidade demonstra o compromisso, confiança e participação em cada uma das suas parcerias. A iniciativa corresponde a agir com flexibilidade, proximidade, inovação, capacidade de resposta e com uma abordagem pró-ativa¹.

A segurança alimentar e a componente nutricional são os principais desafios das atuais políticas de saúde pública em muitos países. De forma mais abrangente, a proteção da saúde pública implica a garantia de que, os produtos alimentares disponíveis no mercado, são seguros, caso contrário, colocariam em risco a saúde dos consumidores.

De forma a enfrentar estes desafios, o Instituto Mérieux desenvolveu a Mérieux NutriSciences, que em 1967 criou a empresa Silliker, adquirida em 1997. Apesar dos 50 anos de experiência em segurança e qualidade alimentar, com a criação da Silliker conquistou a confiança da indústria alimentar e estendeu a sua experiência para outros setores industriais (água e meio ambiente, farmacêutica e dispositivos médicos, higiene pessoal e cosmética, agroquímicos e bens de consumo)².

Com sede em Chicago, a empresa tem crescido rapidamente nos últimos anos, apresentando hoje uma vasta rede de laboratórios presente em 21 países com mais de 80 laboratórios, de forma a ajudar as empresas em todo o mundo a encontrar soluções para os desafios atuais do setor. A Mérieux NutriSciences está a aumentar a sua presença nos países emergentes com o objetivo de responder às crescentes exigências desses mercados. Esta contribui para o avanço da ciência e da resolução das dificuldades colocadas à indústria através de uma abordagem uniforme da qualidade^{2,3}.



Figura 1. Mapa de laboratórios Mérieux NutriSciences.

A Silliker Portugal, S.A. é uma empresa independente de prestação de serviços para vários ramos do setor agro-alimentar. Iniciou a sua atividade em 1992 no concelho de Vila Nova de Gaia com a designação EGI (Sociedade de Engenharia e Gestão da Qualidade, Lda.), assumindo rapidamente a posição líder nacional no setor⁴. Em 1993 integra o Sistema Português da Qualidade através da acreditação do laboratório (Certificado de Acreditação nº L0087), mantendo um firme compromisso com a qualidade e com a identificação das necessidades dos seus clientes, dispondo, de acordo com o anexo técnico, edição n.º 19, emitida em 2016-12-19 de 177 ensaios acreditados⁵.

Devido ao reconhecimento da importância da avaliação organolética na caracterização de produtos de consumo, em 2000, foi criado o laboratório de análise sensorial. Como consequência do forte crescimento da empresa e de forma a dar resposta a todas as necessidades dos clientes, em Março de 2005, houve mudança de instalações, estruturada numa perspetiva de desenvolvimento futuro⁴.

Em 2008, a multinacional norte-americana Silliker adquiriu 86% do capital da empresa, dando origem à Silliker Portugal, S.A., passando a integrar um dos maiores grupos líder mundial na prestação de serviços para a melhoria da qualidade e segurança alimentar.

De novo, como resposta à necessidade e satisfação dos clientes, em 2009 foi criado o serviço de Estudos de Vida Útil como génese da gama de serviços de Investigação e Tecnologia, de forma a ajudar os clientes a validarem o período de validade estabelecido para os produtos que comercializam⁴.

Em 2011, a multinacional norte-americana Silliker adquiriu mais 10% do capital da empresa⁴.

Na área ambiental, em Novembro de 2010 obteve-se a acreditação dos primeiros 8 ensaios de águas de consumo humano (4 ensaios microbiológicos e 4 ensaios físico-químicos) e em Janeiro de 2012 a acreditação das colheitas das amostras de águas para consumo humano e mais dois ensaios físico-químicos⁴.

No mesmo ano, foi alargado o âmbito da acreditação para análises veterinárias com a pesquisa de *Salmonella* em amostras de material fecal e ambientais provenientes da produção primária⁴.

Por fim, durante o ano de 2013, proporcionou-se aos clientes o serviço de análises aos materiais de embalagem que entram em contacto direto com os géneros alimentícios, oferecendo a oportunidade de avaliarem todos os aspetos dos seus produtos, desde o design e fabrico até à utilização final e eliminação⁴.



Figura 2. Instalações da Silliker, no concelho de Vila Nova de Gaia.

Além dos 3 grandes componentes presentes na Silliker, análises microbiológicas, físico-químicas e ambientais, existe uma vasta gama de serviços prestados, tais como análise sensorial, auditorias (internas ou externas), consultoria em segurança alimentar e desenvolvimento, rotulagem, inspeções, formação (inter e intra empresas), investigação e tecnologia, embalagens e legislação^{3,4}.

A Silliker Portugal acolhe uma equipa de especialistas nas várias áreas do setor alimentar, que disponibilizam o seu conhecimento, experiência e dedicação, de forma a atingir o nível de qualidade desejado para o objetivo conjunto da satisfação do cliente. Deste modo, a garantia da qualidade prende-se à garantia de competência da equipa, à adequação dos métodos e equipamentos utilizados, bem como à sua permanente atualização, ao sistema de melhoria contínua e ao estabelecimento de políticas e procedimentos de trabalho que asseguram a qualidade do serviço³. Apresenta uma política baseada na confiança, no

prestígio e na inovação, de forma a estabelecer uma relação positiva, próxima, duradoura e de confiança com os clientes⁴. Apresenta também uma política da qualidade, de forma a assegurar a qualidade do serviço prestado garantindo que os ensaios realizados sejam executados de acordo com os métodos estabelecidos e com os seus requisitos dos clientes^{3,4}.

1.2 Enquadramento do estágio

A Segurança Alimentar e Nutrição representam um dos principais problemas da saúde pública⁶, sendo que a qualidade desempenha um papel muito importante nas organizações e também está presente no dia a dia das pessoas⁷. A livre circulação de géneros alimentícios seguros e sãos constitui um aspeto essencial do mercado interno e contribui significativamente para a saúde e o bem-estar dos cidadãos e para os seus interesses sociais e económicos. Os consumidores esperam que os produtos que consomem sejam seguros e adequados ao consumo^{8,9}. Os perigos alimentares são um dilema para a saúde do Homem e muitos dos problemas de segurança alimentar, atualmente identificados, são persistentes no tempo¹⁰. A Organização Mundial de Saúde (OMS) tem publicado dados que são muito esclarecedores quanto à importância das bactérias, vírus e parasitas como agentes causadores de doenças de origem alimentar¹¹. Há já muito tempo que adverte para a importância da formação dos manipuladores de alimentos, no que respeita à sua responsabilidade na segurança alimentar. Todos os dias, em todo o mundo, muitas pessoas ficam doentes por causa de algo que comeram¹⁰. Alimentos que contêm bactérias, vírus, parasitas e substâncias químicas nocivas são responsáveis por mais de 200 doenças, desde diarreias a cancro^{6,12}. Estima-se que por ano, ocorrem 2 milhões de mortes provocadas por água para consumo ou alimentos contaminados⁶. Desde 2005, a declaração de surtos de origem alimentar tornou-se obrigatória para todos os Estados Membros da União Europeia¹¹.

Qualidade, segurança e eficiência são fundamentais na cadeia de valor alimentar. Os consumidores querem garantia da segurança e da qualidade em todos os estadios do processo¹³. Há uma série de questões complexas onde tem que haver um controle rigoroso para garantir que o abastecimento de produtos é seguro¹⁴. As exigências legais e de mercado, nacional e internacional, cada vez mais criteriosas, levam à necessidade de se controlar as etapas dos ensaios laboratoriais com mais rigor⁷. Deste modo, os alimentos

destinados ao consumo humano exigem testes de conformidade com as especificações e regulamentações de segurança antes do seu lançamento no mercado, de modo a verificar se os produtos estão aptos e seguros para consumo de acordo com uma norma, um código de práticas ou requisitos regulamentares^{14,15}. As normas internacionalmente reconhecidas são o grande referencial de qualquer sistema de reconhecimento e avaliação de conformidade¹⁶. Por conseguinte, esta avaliação constitui um meio de impedir a entrada no mercado de produtos perigosos, insalubres ou nocivos para o ambiente. Através da aplicação de normas nacionais e internacionais, governo, produtores e consumidores podem ter confiança na calibração e resultados de testes, relatórios de inspeção e certificações fornecidas, uma vez que asseguram que os produtos e serviços colocados no mercado satisfazem os padrões de qualidade e segurança¹⁴. Os principais intervenientes da cadeia de abastecimento orientam as suas atividades num ambiente complexo e global com legislação em constante mudança, aumento das restrições de rastreabilidade e da necessidade de transparência por parte dos fornecedores⁶.

De forma a garantir a segurança alimentar e a aumentar a confiança dos consumidores, é imperativo assegurar uma informação adequada sobre os alimentos que consomem. É então de salientar a importância das análises laboratoriais feitas pelos fabricantes. Desta forma surge a necessidade de confiança nos laboratórios que a conseguem pela acreditação. As auditorias e a certificação, as regulamentações nacionais e internacionais têm cada vez mais importância no ambiente global de negócios hoje⁸. A implementação destes princípios servem para proteger adequadamente os consumidores contra doenças ou ferimentos causados por alimentos, garantindo que estes são adequados ao consumo humano e para manter a confiança nos alimentos comercializados internacionalmente⁹. Além da globalização ter criado condições de concorrência muito mais exigentes, onde a resposta rápida e a melhoria sustentada da qualidade constituem fatores competitivos cruciais¹⁷. O facto de um laboratório estar acreditado, transmite ao mercado uma confiança acrescida, pois significa que está organizado segundo princípios e práticas de gestão e de técnica mais adequados. Sendo uma ferramenta que impõe uma melhoria contínua e um melhor desempenho nos processos, com vista à plena satisfação dos seus clientes¹⁸.

Assim, o controlo da qualidade torna-se um serviço indispensável para garantir a segurança e qualidade dos alimentos que se ingerem todos os dias. A qualidade já não é discutível, mas sim inquestionável, como domínio de trabalho, investigação e desenvolvimento de uma parte da comunidade técnico-científica¹⁶. O facto de esta temática ser extremamente atual e de grande importância, levou à escolha da Silliker para a

realização deste estágio, por ser uma empresa que se dedica a melhorar a qualidade e segurança alimentar recorrendo à pesquisa, à excelência científica e à inovação em todas as etapas da cadeia de abastecimento alimentar, desde o isolamento à identificação de agentes patogénicos com origem alimentar para garantir a estabilidade e o conteúdo nutricional do produto¹⁹. O grupo Mérieux NutriSciences dedica-se inteiramente a proteger a saúde pública, oferecendo uma ampla gama de serviços com valor para a cadeia de abastecimento alimentar e nutrição, como serviços de consultoria e análise de produtos, desde a conceção à sua distribuição⁶. Sendo o objetivo deste trabalho a realização de auditorias técnicas, que tem como propósito garantir o rigor e sucesso dos ensaios e que todos os métodos acreditados sejam auditados uma vez a cada ciclo de acreditação e que os restantes sejam auditados pelo menos uma vez a cada cinco anos⁴.

2 Acreditação

A acreditação consiste na demonstração e reconhecimento, através de uma avaliação efetuada por um Organismo de Acreditação, da competência técnica e de gestão de uma entidade para efetuar atividades específicas de avaliação da conformidade. A avaliação da conformidade consiste na realização de ensaios, calibrações, inspeções e certificações, que visa normalmente demonstrar que um dado bem, produto, processo ou serviço cumpre com os requisitos que lhe são aplicáveis^{20,21,22,23}. Nalguns casos a avaliação da conformidade é legalmente exigida, normalmente relacionada com a segurança desse produto ou serviço. A avaliação da conformidade pode também ser uma exigência contratual ou uma garantia que um dado produto ou serviço se adequa ao uso pretendido²¹.

A acreditação está sujeita a legislação comunitária que obriga a um funcionamento harmonizado, verificado através de um sistema de avaliação pelos pares. Em consequência, cada Estado-Membro da EU designou um único organismo nacional de acreditação, sendo que em Portugal esse organismo é o Instituto Português de Acreditação (IPAC)^{20,21}.

A acreditação de um laboratório não é uma certificação, como muitas vezes é considerado (certificação de sistemas de gestão da qualidade ISO 9001). Uma diferença fundamental é que a acreditação, normalmente, é um requisito legal para o exercício de determinada atividade de avaliação da conformidade, ao contrário da certificação que é maioritariamente uma opção voluntária das empresas²⁰. No entanto existem requisitos em comum entre a norma de referência da acreditação de laboratórios, norma ISO/IEC 17025 e a norma ISO 9001 que tem servido de base para o desenvolvimento das normas de sistemas de gestão e respetiva certificação de empresas. A conformidade do sistema de gestão da qualidade de um laboratório com os requisitos da ISO 9001 não é suficiente para demonstrar a sua competência técnica na realização de ensaios^{20,24,25}. Assim como a conformidade com os requisitos da ISO/IEC 17025 não implica a conformidade com todos os requisitos da ISO 9001²⁰. Ao contrário da certificação ISO 9001, a acreditação utiliza critérios e procedimentos especificamente desenvolvidos para determinar a competência técnica, garantindo aos clientes que os dados de teste, calibração ou medição fornecidos pelo laboratório ou pelo serviço de inspeção são precisos e confiáveis²². O laboratório não tem apenas de executar o ensaio de acordo com o procedimento escrito, mas também de confirmar a competência técnica de quem o executa²⁵.

A acreditação serve essencialmente para ganhar e transmitir confiança na execução de determinadas atividades técnicas, ao confirmar a existência de um nível de competência técnica mínimo, reconhecido internacionalmente^{21,22}. Consegue-se assegurar, com rigor e qualidade, as suas medições e utilizar dados fiáveis para o controlo da qualidade dos seus serviços ou produtos e a sua melhoria²⁶. Desta forma, a acreditação prende-se com a uniformização de todas as áreas do laboratório e uma maior credibilidade da qualidade do serviço prestado, sendo a acreditação feita segundo a norma ISO/IEC 17025 o reconhecimento mais importante para os laboratórios de metrologia²⁵.

Deste modo, a acreditação funciona como uma ferramenta reguladora, de globalização, de competitividade e de racionalização. Funciona como um regulador técnico da competição entre os organismos de avaliação da conformidade que atuam em competição entre si, garantindo que a otimização de custos não diminui a competência técnica, nem compromete a confiança na execução das atividades que estão acreditadas. Sendo a regulação efetuada de acordo com as mesmas normas internacionais, possibilita transmitir confiança a reguladores nacionais, internacionais e multinacionais. É feita segundo metodologias harmonizadas em todo o mundo, facilitando a livre circulação de bens e serviços abrangidos pelas acreditações, pelo que permite a globalização e internacionalização da economia, promovendo as exportações nacionais. É usada por reguladores e proprietários de marcas de prestígio como condição de acesso a essas marcas, o que constitui um fator de competitividade das entidades acreditadas e das empresas que com elas trabalham. Constitui-se como uma ferramenta de racionalização do Estado, uma vez que é usada para descentralizar tarefas do Estado em terceiros, mantendo simultaneamente controlo e vigilância na delegação, permitindo ao Estado poupar de uma forma controlada e fiável^{21,22}.

Segundo o IPAC, um laboratório tem de cumprir quatro parâmetros fundamentais para a sua acreditação²⁸:

- Calibração de equipamentos de medição física
- Calibração analítica
- Controlo da qualidade em análises químicas
- Resultados de análises químicas

2.1 Calibração de equipamentos de medição física

Segundo o Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM) entende-se por calibração uma “operação que estabelece, sob condições especificadas, num primeiro passo, uma relação entre os valores e as incertezas de medição fornecidos por padrões e as indicações correspondentes com as incertezas associadas; num segundo passo, utiliza esta informação para estabelecer uma relação visando a obtenção dum resultado de medição a partir duma indicação”²⁷.

A calibração é efetuada no próprio equipamento para medições de grandezas físicas. No caso de calibrações instrumentais, a calibração é efetuada no equipamento de medição e ensaio, relativa a grandezas físicas²⁸.

A calibração pode ser executada externamente por entidade competente ou internamente usando padrões de referência calibrados^{28,29}. O laboratório deve adotar uma política de gestão adequada, que lhe permita identificar as necessidades de calibração segundo uma periodicidade definida e adequada ao seu uso. O equipamento deve estar calibrado quando tal seja requerido pela norma de ensaio em que é usado ou quando tenha influência significativa no resultado do ensaio²⁸.

A seleção do laboratório de calibração deve ser integrada num programa de avaliação e qualificação de fornecedores e ter em conta as exigências de qualidade estabelecidas para os resultados da calibração. A periodicidade das calibrações deverá ser estabelecida pelo utilizador e não pelo laboratório de calibração, de acordo com as características do equipamento, a frequência e tipo de utilização e baseando-se na experiência de calibrações anteriores, de modo a garantir que o equipamento cumpre os EMA durante o intervalo entre calibrações²⁸. Por erro máximo admissível (EMA) entende-se o valor extremo do erro de medição, com respeito a um valor de referência conhecido, admitido por especificações ou regulamentos para uma dada medição, instrumento de medição ou sistema de medição²⁷. A verificação intermédia dos equipamentos deve ser seguida, de modo a controlar e conhecer a deriva do equipamento entre os intervalos de calibração. Este controlo permite avaliar e otimizar os prazos de calibração estabelecidos, bem como detetar atempadamente avarias ou falhas²⁸.

O equipamento calibrado deve estar identificado de modo a garantir que está dentro do período de calibração e quando necessário, permitir a segregação e distinção do material

por áreas ou tarefas compatíveis. No caso de haver equipamento deteriorado ou com anomalias, este deve ser rejeitado ou separado²⁸.

- Os instrumentos de pesagem (balanças) devem estar calibradas usando massas-padrão calibradas e procedimentos adequados.
- O material volumétrico além da calibração necessita de uma inspeção visual cuidada e deve ser lavado, descontaminado e passivado adequadamente em função do seu uso. É recomendada a utilização de material volumétrico de classe A ou AS para medições rigorosas de volume. O prazo de calibração inicial do material volumétrico não automático não deve ultrapassar os 3 a 5 anos.
- Os termómetros e controladores de temperatura necessitam de verificações funcionais de equipamentos com controlo de temperatura, através de estudos do seu comportamento térmico, devendo ser avaliados pelo menos a estabilidade térmica no tempo e a homogeneidade da temperatura no interior do equipamento.

2.2 Calibração analítica

Calibração efetuada recorrendo a padrões químicos (e/ou materiais de referência), geralmente por intermédio de uma reta/curva de calibração^{28,30}.

O tipo de calibração analítica deve ser adequado ao tipo de análises e amostras ensaiadas. No caso de métodos instrumentais, podem ser empregues vários métodos:

- Reta/curva de calibração
- Adição de padrão
- Enquadramento
- Padrão interno/Padrão externo
- Fator de resposta.

O laboratório deverá definir os critérios de escolha e aplicabilidade. Uma vez definido o método, deverão estabelecer-se critérios de aceitação das calibrações obtidas. Assume-se ainda que a utilização de equipamento de análise instrumental é antecedida de um protocolo de verificação do bom funcionamento do aparelho²⁸.

O laboratório pode adotar a calibração periódica desde que trabalhe com matrizes conhecidas e estáveis, devendo existir critérios de aceitação da calibração. Os reagentes, solventes e soluções usados devem ter uma pureza e estabilidade compatíveis com a qualidade exigida aos resultados. Devem ser respeitados os períodos, condições de armazenamento e manuseamento dos reagentes e padrões adquiridos e assinalada a data da sua abertura e/ou data de validade e o seu conteúdo²⁸.

A calibração analítica deve ser reforçada com o programa de controlo da qualidade, como é o caso da utilização de amostras diárias de controlo de processo (DPCS)²⁸. O programa de DPCS caracteriza-se por realizar, numa base diária, o controlo analítico de amostras padrão, analisadas sempre que se corre uma série de amostras de clientes, com o objetivo de validar os resultados antes da sua emissão. Todos os laboratórios Silliker usam os mesmos lotes de DPCS. Para todos os parâmetros são estabelecidos critérios de precisão e exatidão que devem ser seguidos por todos os laboratórios, sendo os resultados introduzidos numa plataforma web (ZETASafe)³¹. A calibração analítica deve ser efetuada com a periodicidade indicada na norma respetiva. Contudo, atendendo a que alguns sistemas analíticos são bastante estáveis, poderá ser feita apenas periodicamente. Nestes casos, o laboratório deve ter em atenção que a mudança de reagentes, lâmpadas, colunas, qualquer intervenção no equipamento, alteração de instalações ou pessoal, são suscetíveis de alterar significativamente a estabilidade do sistema analítico e a sua resposta²⁸.

2.2.1 Limites de Detecção e Quantificação

O limite de deteção (LD) corresponde ao teor mínimo a partir do qual é possível distinguir com uma dada confiança estatística (normalmente 95%), o sinal do branco do sinal da amostra e como tal indicar se o analito em questão está ausente ou presente, ou seja, corresponde à mais pequena quantidade de substância a analisar que pode ser detetada numa amostra, mas não necessariamente quantificada como valor exato^{28,30,32}. Uma leitura inferior ao limite de deteção não significa a ausência do analito a medir. Apenas se pode afirmar que, com uma probabilidade definida, a concentração do componente em causa será inferior a um certo valor³⁰.

O limite de quantificação (LQ) corresponde à menor concentração medida a partir da qual é possível a quantificação do analito, com uma determinada exatidão e precisão, ou seja, ao início da gama em que o coeficiente de variação do sinal e o erro relativo se reduziram

a valores razoáveis (normalmente 10%) para se poder efetuar uma avaliação quantitativa^{28,30,32}. Na prática corresponde ao padrão de calibração com menor concentração, excluindo o branco^{30,32}. Este limiar, após ter sido determinado, deve ser testado para averiguar se a exatidão e precisão conseguidas são satisfatórias. Este teste pode ser realizado através da passagem, em condições de precisão intermédia, de uma série de padrões internos, cuja concentração é próxima ou igual ao limiar de quantificação³⁰.

Deste modo, na prática deve usar-se o LQ como início da zona em que se reportam valores numéricos. O intervalo entre LD e LQ deve ser entendido como uma zona de deteção semi-quantitativa e não quantitativa, pelo que não se devem reportar valores numéricos neste intervalo²⁸.

O valor do LD situa-se acima do sinal médio do branco (x_0), a cerca de 3 vezes o desvio padrão do branco ($LD = x_0 + 3.3 s_0$), enquanto o LQ situa-se a 10 vezes o referido desvio padrão ($LQ = x_0 + 10 s_0$)^{28,30}.

Podem ser usados 3 métodos para estimar os referidos limites:

- Experimentalmente, a partir da razão sinal/ruído instrumental.
- Experimentalmente, a partir de uma série de ensaios com um branco representativo, calculando a respetiva média e desvio-padrão.
- Teoricamente, a partir da estatística de mínimos quadráticos da reta de calibração, admitindo-se que o desvio-padrão da estimativa ($S_{y/x}$) representa o desvio-padrão do branco e interpolando o correspondente valor em concentração. Este método pode conduzir a valores irrealistas caso não haja homogeneidade de variâncias, não haja linearidade até à origem, ou seja excluído o branco da curva de calibração.

O LQ e o LD são referentes à variável medida, pelo que deverão ser tidas em conta as diluições efetuadas nas amostras²⁸.

2.3 Controlo da qualidade em análises químicas

Qualquer análise química está sujeita a erro, pelo que é essencial por um lado minimizar e por outro, controlar a sua ocorrência de modo a garantir e melhorar a eficácia do Sistema de Gestão da Qualidade (SGQ) adotado²⁸. Para se poder ter confiança na qualidade dos

resultados produzidos é necessário conhecer e identificar as potenciais causas de erro e tentar eliminá-las e possuir um sistema de deteção de erros baseado no controlo do processo analítico³³. Considerando que um dos objetivos do Sistema de Gestão (SG) é garantir e controlar a qualidade dos resultados do dia-a-dia, é necessário avaliar periodicamente a exatidão dos resultados, recorrendo a um sistema de Controlo da Qualidade (CQ) dos resultados obtidos, ou seja, um conjunto de técnicas e atividades de carácter operacional utilizadas com vista a responder às exigências da qualidade^{28,33}.

2.3.1 Controlo da Qualidade Externo

Ações do CQ efetuadas pelo laboratório, mas cuja realização depende de uma intervenção exterior ao laboratório³³. As ações de CQ externo englobam nomeadamente o uso de materiais de referência certificados (MRC), e a participação em ensaios de comparação interlaboratoriais (ECI) apropriados. Estas ações permitem evidenciar um dos objetivos da acreditação, a comparabilidade de resultados, sendo indispensáveis para o laboratório se situar na comunidade laboratorial^{28,33}. Permitem conhecer a exatidão dos métodos de ensaio, definida como sendo a concordância entre o valor obtido de um ensaio e o valor de referência convencionalmente aceite como verdadeiro^{30,33}. Atualmente, a noção de “valor verdadeiro” é internacionalmente aceite como valor convencionalmente verdadeiro o valor certificado de um MRC ou o valor médio obtido em ECI apropriados³³.

- **Materiais de referência certificados (MRC)**

Os MRC são materiais de referência preparados por entidades reconhecidas e qualificadas, fornecendo valores de uma ou mais propriedades certificados por um processo tecnicamente válido e respetivas incertezas aos parâmetros, sendo rastreável a um certificado ou documento produzido pela entidade certificadora^{27,28,29,30,32,33,34}. Um MRC distingue-se pelo facto do valor da grandeza de cada parâmetro ter uma incerteza atribuída³³. É material suficientemente homogéneo e estável em determinadas propriedades. A sua preparação e certificação envolve geralmente a realização de comparações interlaboratoriais e medições por técnicas distintas^{28,29}. Estabelecem a rastreabilidade das medições químicas no atual estado da arte e permitem controlar a exatidão do ensaio. Assim, desde que disponíveis, devem ser usados quer durante a fase inicial de validação ou implementação dos métodos, quer depois na sua utilização quotidiana^{28,30,34}. Após a análise de um MRC deve ser comparado o valor obtido com o

valor certificado, determinando-se o erro e exatidão da análise. A periodicidade de análise dos MRC deve ser estipulada em função da frequência de análises efetuadas^{33,34}.

- **Participação em ensaios de comparação interlaboratoriais (ECI)**

O programa de participações interlaboratoriais é uma ferramenta utilizada para validar novos métodos, competências de analistas e avaliar a performance e desempenho da Silliker Portugal³¹. Organização, realização e avaliação de medições ou ensaios do mesmo (ou similares) item por dois ou mais laboratórios, de acordo com condições pré-definidas^{30,33,35}. A participação em ECI permite ao laboratório evoluir tecnicamente, dado que implica trabalhar com amostras que vão sendo diferentes e cujo valor correto é desconhecido, proporcionando assim novos desafios a serem ultrapassados²⁸. Podem ser também utilizados de forma a estudar a repetibilidade e reprodutibilidade de um método de ensaio³⁰. Este é um programa externo ao laboratório que compara a performance analítica de um grupo de laboratórios, sendo evidência objetiva que o trabalho realizado é, no mínimo, comparável aos resultados analíticos produzidos por outros laboratórios³⁴. Existem vários tipos de ECI, consoante os fins a que se destinam^{28,30,33,36}. A Silliker participa, no mínimo e sempre que aplicável, em dois circuitos por ano para cada método acreditado, sendo estes de participação obrigatória³⁴.

Quando o fim é estudar o comportamento do laboratório, existem os ensaios de aptidão ou competência, que permitem avaliar o desempenho dos participantes, com base na exatidão e precisão dos resultados. No caso do estudo do comportamento de métodos analíticos existem os ensaios de normalização, que permitem estudar a reprodutibilidade e repetibilidade de um método de análise, nos quais existem os ensaios colaborativos, que determinam as características para a realização de um método de análise, e os ensaios comparativos que comparam os resultados obtidos por vários métodos de análise. Para o estudo do comportamento de materiais existem os ensaios de consenso ou conformidade, que determinam o valor a utilizar como “valor verdadeiro”, e os ensaios de certificação que fixam este “valor verdadeiro” de um material com uma determinada incerteza^{30,33,36}. Quer no caso dos ECI, quer no caso dos MRC, o laboratório deve analisar as amostras simulando uma amostra vulgar. Do mesmo modo, o laboratório deve analisar os resultados do seu desempenho por avaliação dos desvios segundo um critério adequado, diagnóstico e identificação das causas dos desvios inaceitáveis, e definição e implementação de ações corretivas, com posterior confirmação da sua eficácia. Assim, o laboratório pode testar a

sua competência e procurar melhorá-la até atingir um nível de qualidade adequado. Caso não existam MRC ou ECI, devem ser usados meios alternativos de avaliar a exatidão ou evidenciar a comparabilidade dos resultados com outros laboratórios, como sejam o uso de padrões internacionais ou nacionais, devidamente reconhecidos pelo setor técnico, e comparação com métodos de referência^{28,33}.

2.3.2 Controlo da Qualidade Interno

Ações de CQ cuja implementação depende apenas da vontade e meios do laboratório, e não de um fator externo. Visam controlar a precisão dos resultados produzidos pelo laboratório³³. O laboratório deve estabelecer um sistema de CQ interno dos resultados, podendo recorrer às seguintes ferramentas: técnicas complementares de CQ de resultados (análise de brancos, análises em duplicado, amostras cegas, ensaios de recuperação e fortificação de amostras e método de adição de padrão) e tratamento estatístico de dados (cartas de controlo)²⁸. A sua periodicidade deve estar de acordo com o tipo de amostra e análises efetuadas³³.

- **Branco**

O controlo dos brancos é importante no caso de metodologias propícias a contaminações e fundamental na gama baixa de concentrações. Esta ferramenta serve como técnica complementar, devendo ser realizada em paralelo com a análise das amostras. Associado ao controlo de brancos está a verificação periódica do LQ, cuja frequência deve aumentar com a proximidade da gama baixa e a probabilidade de contaminações, bem como com a instabilidade do sinal de fundo²⁸.

- **Duplicados**

Realização de ensaios sobre duas tomas da amostra submetidas em separado a todo o processo analítico e não deve ser confundido com a realização de várias medições ou leituras sobre a mesma toma²⁸. Só por si não garantem que o resultado final tenha um menor erro (maior exatidão), pois se houver erro sistemático ambos os duplicados o possuirão. Funciona como uma ferramenta de deteção de erros acidentais, e de controlo da repetibilidade³³. Devem ser realizados com uma frequência de 5 a 10% do total de análises^{28,33,34}.

- **Amostras cegas**

As amostras cegas são amostras cujos teores são conhecidos apenas pelos supervisores. Podem ser:

- ✓ Amostras excedentes de clientes
- ✓ Amostras excedentes de ECI's
- ✓ Amostras excedentes de DPCS
- ✓ Amostras excedentes de materiais de referência

Estas amostras são, maioritariamente, utilizadas na qualificação e/ou manutenção de competências, no entanto, podem ser utilizadas sempre que o responsável considere necessário^{33,34}.

- **Ensaio de recuperação e fortificação de amostras**

A fortificação de amostras e a realização de ensaios de recuperação são importantes no caso de amostras desconhecidas e devem ser realizadas considerando os diferentes tipos de matriz e/ou proveniência/complexidade. Para a fortificação pode ser adicionado o parâmetro de interesse ou um provável interferente, consoante o objetivo pretendido de controlar perdas ou contaminações, ou de despistar interferentes^{28,34}.

Em métodos instrumentais com processos que possam induzir perdas ou contaminações a realização de ensaios de recuperação na matriz a analisar, junto ao LQ deve ser feita regularmente para controlar esse maior risco de perdas ou contaminações, utilizando uma série de amostras, com a mesma matriz, em que apenas varia a concentração do analito em proporções bem conhecidas e ao longo de toda a gama de trabalho. Convém que as amostras sejam analisadas em duplicado e em condições de repetibilidade^{28,30}. Para métodos que se realizam com frequência, os ensaios de recuperação são efetuados 5 a 10 vezes por ano, enquanto que para métodos que se realizam com menor frequência são efetuados 2 a 4 ensaios³⁴.

- **Cartas de controlo**

As cartas de controlo permitem detetar possíveis situações anormais/erros que possam ocorrer durante a execução dos métodos de ensaio³⁷. São internacionalmente aceites como um dos meios mais eficientes de exercer e visualizar um controlo contínuo sobre os

resultados produzidos e detetar erros. Permite o controlo da qualidade dos resultados através de uma representação gráfica³³. Recomenda-se a utilização de cartas de controlo estatístico para apresentar de uma forma fácil, clara e eficiente os resultados das ações de CQ²⁸. Um sistema analítico está sob controlo estatístico quando estiver sujeito a fontes de variação estáveis. A obtenção de um estado de controlo estatístico, por si só não garante a exatidão dos resultados, mas sem esta estabilidade não há garantia da representatividade da situação³³.

Assim, podem ser registados em cartas de controlo os resultados obtidos na análise de brancos, padrões de calibração, repetição de amostras, desvio entre duplicados, recuperação de adições, e/ou dados referentes a parâmetros instrumentais ou de calibração^{28,33}. Estes materiais têm de estar devidamente definidos, devem ser estáveis e apresentarem prazos de validade. Antes de se construir uma carta de controlo, tem de ser bem definido o fim a que se destina³⁷.

Existe uma grande variedade de tipos de cartas de controlo. Entre as mais comuns as cartas de médias ou de indivíduos representam ao longo do tempo um determinado parâmetro ou uma média em função do teor. As cartas de amplitude representam ao longo do tempo a diferença de valores entre vários ensaios repetidos do mesmo material ou de materiais diferentes dentro de uma determinada gama de trabalho. Neste tipo assume-se que o método estando sob controlo estatístico, os desvios entre réplicas se mantêm dentro de limites pré-determinados. E por fim, as cartas de somas cumulativas que representam o somatório de desvios observados relativamente ao valor esperado. São mais sensíveis do que as cartas de médias ou de indivíduos, permitindo detetar desvios ou tendências mais cedo^{33,34,37}.

2.4 Resultados de análises químicas

2.4.1 Validação Técnica de Resultados

Os resultados apresentados nos boletins analíticos devem ser sujeitos a uma validação técnica por elementos devidamente identificados e qualificados. Esta validação técnica é independente da validação oficial ou administrativa dos boletins²⁸.

Esta validação deve ser executada por pessoal competente, que deve estar familiarizado com os respetivos métodos de ensaio e apto nomeadamente a executar e supervisionar

os ensaios em causa, conhecer os pontos fracos ou críticos do método, avaliar os resultados do controlo da qualidade, e apresentar corretamente os resultados obtidos²⁸.

2.4.2 Apresentação Técnica de Resultados

Os resultados devem ser apresentados nos boletins analíticos de forma tecnicamente clara e correta, fornecendo toda a informação relevante para o cliente, mas sem induzir no cliente falsas expectativas^{24,28}.

O laboratório deve definir regras ou critérios para seleccionar o número de algarismos significativos e unidades de medida a apresentar no relatório em coerência com a legislação e depois com as normas de ensaio. Os resultados inferiores ao LQ devem ser apresentados indicando inequivocamente que são inferiores ao referido limite e qual o valor numérico estabelecido para o referido limite²⁸.

Deverão existir critérios de aceitação/rejeição da qualidade dos resultados finais, expressos de forma numérica, de modo a que se conheça e garanta o cumprimento de requisitos de qualidade. Paralelamente, deverão também ser estabelecidos sub-critérios de aceitação nas diferentes fases do processo de obtenção desses resultados, de modo a permitir controlar e gerir a qualidade do resultado que está a ser produzido³³.

O laboratório deve indicar num capítulo do seu Manual da Qualidade quais os requisitos de qualidade para o resultado final e quais são as ações de Controlo da Qualidade a efetuar para cumprir esses objetivos de qualidade³³.

3 NP EN ISO/IEC 17025

Norma desenvolvida por colaboração entre o ISO/CASCO, comissão que trabalha com questões relacionadas com a avaliação da conformidade, e o CEN/CLC/TC1, que apresenta critérios de avaliação da conformidade^{24,38}.

O referencial normativo NP EN ISO/IEC 17025 é utilizado como guia para o desenvolvimento do Sistema de Gestão para a qualidade, e para atividades administrativas e técnicas, não sendo destinada a ser usada como referencial para a certificação dos laboratórios. Define uma metodologia harmonizada, com validade para a acreditação em Portugal, na Europa e internacionalmente já que existem acordos de reconhecimento mútuo entre os organismos de acreditação, facilitando assim a internacionalização das empresas²⁰. Para ser cumprido deve ser implementado um sistema de qualidade apropriado à gama e ao volume de trabalho que o laboratório realiza, documentadas as medidas de qualidade no Manual da Qualidade e os métodos de ensaio realizados devem ser validados.

É um requisito de qualidade que os laboratórios de ensaio e calibração têm de satisfazer para demonstrar que gerem um sistema de gestão, que são tecnicamente competentes e que são capazes de produzir resultados tecnicamente válidos^{18,24}. Este fornece uma avaliação objetiva da competência técnica dos laboratórios e assegura a “precisão, exatidão e repetibilidade” dos resultados analíticos³¹. O SG é aplicado a todas as atividades laboratoriais desenvolvidas na empresa e segue os requisitos NP EN ISO/IEC 17025⁴. Especifica os requisitos gerais de competência para realizar ensaios e/ou calibrações segundo métodos normalizados, métodos não normalizados e métodos desenvolvidos pelo próprio laboratório²⁴.

Esta norma é dividida em dois requisitos: os requisitos de gestão e os requisitos técnicos. O primeiro especifica os requisitos para uma boa gestão, sendo que o segundo especifica os requisitos de competência técnica para o tipo de ensaios e/ou calibrações realizados pelo laboratório, sendo este o que causa normalmente mais dificuldades na implementação^{20,24}.

Tabela 1. Tipos de requisitos presentes na NP EN ISO/IEC 17025.

Requisitos de Gestão	Requisitos Técnicos
<ul style="list-style-type: none"> ✓ Organização ✓ Sistema de Gestão ✓ Controlo dos documentos ✓ Análise de consultas, propostas e contratos ✓ Subcontratação de ensaios e calibrações ✓ Aquisição de produtos e serviços ✓ Serviço ao cliente ✓ Reclamações ✓ Controlo de trabalho de ensaio e/ou calibração não conforme ✓ Melhoria ✓ Ações Corretivas ✓ Ações Preventivas ✓ Controlo de registos ✓ Auditorias Internas ✓ Revisões pela gestão 	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Generalidades ✓ Pessoal ✓ Instalações e condições ambientais ✓ Equipamento ✓ Rastreabilidade das medições ✓ Amostragem ✓ Manuseamento dos itens a ensaiar ou calibrar ✓ Garantir a qualidade dos resultados de ensaio e de calibração ✓ Apresentação dos resultados

A utilização crescente de sistemas de gestão fez aumentar a necessidade de garantir que os laboratórios que façam parte de organizações mais amplas possam demonstrar que possuem um sistema de gestão da qualidade considerado conforme com a norma NP EN ISO/IEC 17025²⁴.

O SGQ é uma estrutura organizacional criada para gerir e garantir a qualidade, os recursos necessários, os procedimentos operacionais e as responsabilidades estabelecidas. É, portanto, o que coordena o processo de conceber, controlar e melhorar os processos da empresa, quer sejam de gestão, de produção ou mesmo de marketing⁴. Contribui para a melhoria contínua de processos, aumento da eficiência e da produtividade, assegurando, também, a conformidade com a legislação e regulamentação em vigor. Um SGQ é um pré-requisito para a obtenção de acreditação.

O CQ e a Garantia de Qualidade (GQ) são duas partes integrantes da gestão da qualidade. A primeira está orientada para a satisfação dos requisitos da qualidade e serve para verificar se os requisitos estão a ser respeitados e se os objetivos da empresa estão a ser cumpridos. A segunda está orientada para gerar confiança quanto à satisfação dos

requisitos, sendo que, na prática são as ações tomadas com vista a reduzir os erros (por exemplo, auditorias, participação em ECI's e a utilização de MR)⁴.

Todos os laboratórios Silliker são acreditados por um organismo independente de acordo com o referencial ISO/IEC 17025. Apesar de este ser um requisito fundamental para garantir a qualidade dos serviços prestados, não é suficiente para os laboratórios Silliker uma vez que os organismos de acreditação de cada país têm diferentes interpretações dos requisitos, sendo então geridos segundo o padrão global de gestão da qualidade do grupo Silliker. Assim, o Sistema de Qualidade Global da Silliker é independente, em tempo real, integrado e comparado³¹.

3.1 Organizações Europeias e Internacionais

Todos os produtos e serviços que são consumidos diariamente têm de cumprir certos padrões de segurança e qualidade. Na Europa, estas normas são desenvolvidas e acordadas por três organismos de normalização oficialmente reconhecidos: o Comité Europeu de Normalização (CEN), o Comité Europeu de Normalização Eletrotécnica (CENELEC) e o Instituto Europeu de Normalização de Telecomunicações (ETSI)³⁹. Ao estabelecer normas comuns aplicáveis a um mercado único Europeu, estes organismos pretendem responder às necessidades das empresas, assim como assegurar a proteção dos consumidores. Facilitam também a inovação e a promoção da adoção de novas tecnologias, reforçando a competitividade das empresas europeias, criando condições para o crescimento económico^{38,39,40}.

São organizações internacionais sem fins lucrativos e estão presentes em 34 países, contando com mais de 60.000 especialistas técnicos em diversas áreas. É necessária uma colaboração com a Comissão Europeia de forma a garantir que as normas correspondem a qualquer legislação relevante³⁹.

O CEN e o CENELEC também cooperam com a Organização Internacional de Normalização (ISO) e a Comissão Eletrotécnica Internacional (IEC) para chegar a acordo sobre normas comuns que possam ser aplicadas em todo o mundo, facilitando o comércio internacional³⁹. A ISO é uma organização internacional independente, não-governamental, com uma associação de 161 organismos nacionais de normalização. Compartilha conhecimentos e desenvolver padrões internacionais voluntários, baseados em consenso e relevantes para o mercado, que apoiem a inovação e proporcionem soluções para os

desafios globais³⁸. A IEC foi fundada em 1906 e é a organização líder mundial na preparação e publicação de Normas Internacionais para todas as tecnologias elétricas, eletrónicas e afins. Conta com cerca de 20.000 especialistas em diversas áreas⁴⁰.

3.2 Organizações Portuguesas

O Sistema Português da Qualidade (SPQ) é o conjunto integrado de entidades e organizações interrelacionadas e interatuantes que, seguindo princípios, regras e procedimentos aceites internacionalmente, congrega esforços para a dinamização da qualidade em Portugal e assegura a coordenação dos três subsistemas – da normalização, da qualificação e da metrologia – com vista ao desenvolvimento sustentado do País e ao aumento da qualidade de vida da sociedade em geral^{41,42,43}. Este sistema visa estabelecer, coordenar e hierarquizar em Portugal uma política para a qualidade dos produtos, empresas e serviços através de um conjunto de estruturas, regras de procedimento e métodos conhecidos e aceites a nível nacional ou estabelecidos por consenso internacional, e é supervisionado por entidades representativas^{41,43}.

O Instituto Português da Qualidade (IPQ) é um instituto público que tem por missão a gestão, coordenação e desenvolvimento do SPQ, numa perspetiva de integração de todas as componentes relevantes para a melhoria da qualidade de produtos, de serviços e de sistemas da qualidade e da qualificação de pessoas. Este é o Organismo Nacional de Normalização e o Instituto Nacional de Metrologia^{43,44}. Deste modo compete-lhe promover a elaboração de normas portuguesas, garantindo a coerência e atualidade do acervo normativo nacional e promover o ajustamento da legislação nacional sobre produtos às normas europeias. E ainda garantir o rigor e a exatidão das medições realizadas, assegurando a sua comparabilidade e rastreabilidade, a nível nacional e internacional, e a realização, manutenção e desenvolvimento dos padrões das unidades de medida^{41,44}. A atividade de Normalização aumenta a transparência do mercado, pois é um meio de garantir aos clientes que os produtos/serviços detêm o adequado grau de qualidade, segurança e respeito pelo ambiente, sendo ele de extrema importância para o reforço e credibilidade das transações comerciais⁴⁵. Assim, com vista ao desenvolvimento sustentado do País e ao aumento da qualidade de vida da sociedade em geral, o IPQ orienta a atividade de numerosos organismos, aplicando e promovendo o uso generalizado de procedimentos, de técnicas, metodologias e especificações reconhecidos a nível

européu e/ou internacional⁴⁴. O IPQ é membro das organizações internacionais e europeias de normalização ISO, CEN e CENELEC⁴³.

3.3 Requisitos de gestão da NP EN ISO/IEC 17025

3.3.1 Organização

A empresa responsabiliza-se por cumprir os requisitos da norma NP EN ISO/IEC 17025 na realização dos seus ensaios, e a satisfazer as necessidades dos seus clientes, das entidades regulamentadoras ou das organizações que efetuam o reconhecimento^{4,24,29}.

Esta deve ser uma entidade com uma identificação jurídica que comprove a sua existência legal. Deste modo, deve ter um documento declarativo apropriado a evidenciar que cumpre os requisitos regulamentares aplicáveis à sua área de atividades acreditada e a acreditar, declarar eventuais conflitos de interesse, pressões internas/externas e garantia da confidencialidade. Deve definir responsabilidades, autoridades e ter um organograma funcional. É essencial que exista proteção da informação e propriedade dos clientes, através de políticas e procedimentos que a garantam. Deve ser criado um Manual da Qualidade (MQ) onde sejam identificadas as unidades técnicas que estão abrangidas pela acreditação e estejam descritos todos os procedimentos e instruções relativas ao sistema da qualidade implementado^{4,24,29}.

A Silliker assegura, desta forma, a independência dos diferentes serviços prestados e a não existência de conflitos de interesse, nem a existência de atividades comprometedoras da imparcialidade e desempenho do laboratório^{4,24,29}.

3.3.2 Sistema de gestão

O Sistema de Gestão aplica-se a todas as atividades laboratoriais desenvolvidas na empresa e segundo os requisitos da norma NP EN ISO/IEC 17025, devendo ser cumprido por todo o pessoal do laboratório⁴.

O SG deve ser implementado numa linguagem acessível de forma a ser compreendido por todo o pessoal afeto e apropriado às atividades da empresa. É essencial que este seja revisto para ser possível certificar-se de que o mesmo permanece eficaz e se necessário se tomem medidas para o melhorar^{4,24}. O SG da Silliker tem como base um suporte documental e uma série de documentação externa (tabela 2)^{4,29}.

Tabela 2. Suporte documental do SG da Silliker⁴.

Manual da Qualidade (MQ)	Descreve a estrutura documental utilizada, apresenta a empresa e a sua política da qualidade e define os objetivos de cada um dos requisitos do sistema de gestão.
Procedimentos de Gestão da Qualidade (PGQ) Procedimentos de Controlo da Qualidade (PCQ)	Descrevem o modo como são aplicados no laboratório os requisitos do sistema de gestão.
Procedimentos gerais de laboratório (PGL)	Descrevem as regras gerais de funcionamento do laboratório.
Procedimentos relativos aos ensaios laboratoriais (PAM e PAFQ)	Descrevem o modo de realização dos ensaios laboratoriais.
Procedimentos relativos ao equipamento (PEQ, PME e PCE)	Descrevem o modo de funcionamento dos aparelhos e estabelecem as regras para a sua manutenção e calibração.
Registos, impressos e outros documentos	Constituem o suporte para a organização e sistematização dos registos do sistema da qualidade.

As políticas do SG devem ser definidas no MQ, devendo ser documentadas políticas de qualidade, marca e confidencialidade. A política da qualidade deve ter em conta o compromisso com as boas práticas laboratoriais e qualidade dos resultados gerados^{4,24}.

Para se alcançarem os objetivos visados através da aplicação do SG, é necessária a existência de uma estrutura organizada em que a autoridade e as responsabilidades de cada elemento se encontram perfeitamente definidas. Deste modo, o MQ deve ser organizado de forma a tornar claro para terceiros a estrutura organizacional do laboratório assim como o seu funcionamento e a sua organização^{4,24}.

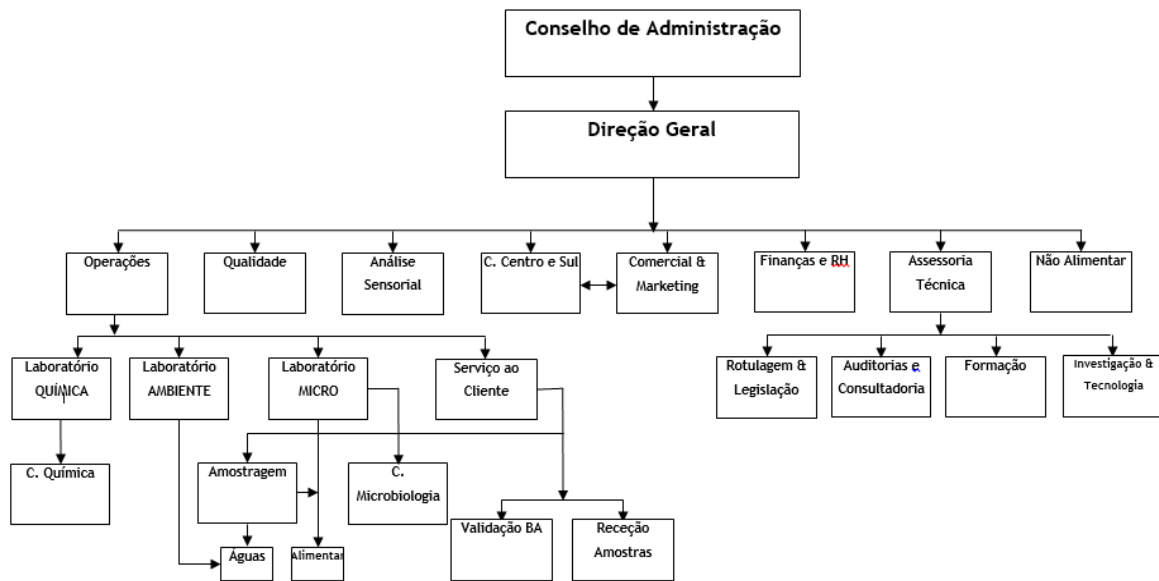


Figura 3. Organograma da Silliker⁴.

Na Silliker as políticas de gestão da qualidade estão bem documentadas no MQ do laboratório. Para o seu cumprimento, existem procedimentos de controlo dos documentos e de registos, existem documentos onde são registadas e tratadas não conformidades com as respetivas ações corretivas. Sendo que, sempre que necessário, são realizadas ações de sensibilização ou de formação de forma a fortalecer o conceito de qualidade, relembrando os objetivos e metas a atingir.

3.3.3 Controlo dos documentos

A empresa deve estabelecer e manter procedimentos para controlar todos os documentos que integram o sistema de gestão (produzidos interna ou externamente)²⁴. O controlo de documentos permite uma melhor gestão do sistema da qualidade, uma vez que são definidas regras de formatação de procedimentos, o seu conteúdo e regras de alteração e circulação, assim como o tipo de procedimentos utilizados como suporte ao SG implementado⁴.

É necessário que todos os documentos passem por um processo de aprovação e posterior emissão, devendo ser revistos e atualizados periodicamente sendo que todas as alterações devem apresentar uma identificação inequívoca. Esta identificação deve ser única, referir a data de emissão, a revisão e a rubrica do responsável pela aprovação do documento.

Deve haver uma lista de controlo dos documentos que indique o estado da revisão atual e a sua distribuição, para que se evite a utilização de documentação inválida e/ou obsoleta. Quando um documento fica fora de uso, se torna obsoleto, é necessário a sua identificação como tal e a sua retirada dos locais de uso. A empresa deve estabelecer uma política de gestão das emendas manuscritas. Estas devem ser claramente assinaladas, rubricadas e datadas, devendo ser o documento reeditado formalmente logo que possível^{24,29}.

Tabela 3. Matriz de relação entre a norma ISO/IEC 17025 e o SG da Silliker⁴.

Requisito da norma	Documentação de suporte do SG
Requisitos de Gestão	
Organização	MQ
Sistema de gestão	MQ, PGQ.01, PGQ.03
Controlo dos documentos	MQ, PGQ.03
Análise de consultas, propostas e contratos	MQ, PGQ.06
Subcontratação de ensaios e calibrações	MQ, PGQ.11
Aquisição de produtos e serviços	MQ, PGQ.02, PCQ.23
Serviço ao cliente	MQ, PGQ.05, PGQ.06
Reclamações	MQ, PGQ.05
Controlo de trabalho de ensaio e/ou de calibração não conforme	MQ, PGQ.05
Melhoria	MQ, PGQ.18
Ações corretivas	MQ, PGQ.05
Ações preventivas	MQ, PGQ.05
Controlo de registos	MQ, PGQ.03
Auditorias internas	MQ, PGQ.13
Revisões pela gestão	MQ, PGQ.18
Requisitos técnicos	
Generalidades	-
Pessoal	MQ, PGQ.01, PGL.19
Instalações e condições ambientais	MQ, PGQ.14, PGL.03, PGL.20, PGL.32
Métodos de ensaio e validação dos métodos	MQ, PGQ.03, PGQ.06, PCQ.33, PCQ.34
Equipamento	MQ, PGQ.02, PGQ.16, PCQ.29
Rastreabilidade das medições	MQ, PGQ.16, PCQ.29
Amostragem	MQ, PGL.12, PGL.13
Manuseamento dos itens a ensaiar	MQ, PGQ.08

Garantir a qualidade dos resultados de ensaio	MQ, PGQ.08, PCQ.02, PCQ.04, PCQ.11, PCQ.13, PCQ.25, PCQ.29, PCQ.32, PCQ.33, PCQ.34
Apresentação dos resultados	MQ, PGQ.17

3.3.4 Análise de consultas, propostas e contratos

O objetivo desse requisito é definir as linhas orientadoras para a ação comercial desenvolvida pelos colaboradores da Silliker, e assim estabelecer todas as regras, responsabilidades, acompanhamento e documentação referentes às várias fases da consulta, elaboração da proposta e contrato. A empresa deve garantir a compreensão e interpretação dos requisitos, que o laboratório tenha a capacidade e os recursos necessários para cumprir os requisitos exigidos na consulta^{4,24}.

Durante o período de execução do contrato, a empresa deve fazer um registo de discussões respeitantes aos clientes, bem como o registo das análises, incluindo todas as alterações efetuadas relativamente aos requisitos ou resultados do trabalho antes, durante e após a prestação do serviço. Sempre que ocorram alterações ao contrato efetuado, o cliente deve ser informado desses desvios, sendo necessária a comunicação interna a todos os colaboradores afetos ao trabalho^{4,24,29}. Não deve ser omissa o trabalho realizado por subcontratação^{4,24}.

3.3.5 Subcontratação de serviços e calibrações

Entende-se como subcontratação o recurso a outros laboratórios para a realização de ensaios ou calibrações no âmbito da sua acreditação. Aquando uma subcontratação, o cliente deverá ser informado pelo laboratório acerca da combinação e aprovar, de preferência por escrito e antes da realização do trabalho. O laboratório deve manter um registo de todos os subcontratados a que recorre e registos que evidenciem a conformidade com a presente norma para os trabalhos em questão^{4,24,29}.

3.3.6 Aquisição de produtos e serviços

Na aquisição de produtos e serviços é necessário efetuar uma avaliação e uma qualificação com vista à seleção dos fornecedores e garantir a correta aquisição, receção, armazenamento e, sempre que aplicável, verificação/inspeção antes do uso dos produtos adquiridos. Quanto aos produtos, deve ser dada especial importância aos reagentes, MRC,

padrões e consumíveis de laboratório. Consumíveis capazes de influenciar a qualidade dos ensaios e/ou calibração não devem ser utilizados sem antes serem inspecionados ou verificados. Relativamente aos serviços são importantes as calibrações, manutenções e os ensaios interlaboratoriais^{4,24,29}.

3.3.7 Serviço ao cliente

O serviço ao cliente deve basear-se numa política de cooperação com os seus clientes e de elevada qualidade, dando importância tanto à satisfação dos clientes como ao diálogo durante as etapas de trabalho, uma vez que uma boa comunicação e orientação são cruciais para aumentar a confiança na prestação de serviços^{4,24,29}.

Deve ser dada importância à satisfação dos clientes, obtendo para isso o retorno de informação utilizando, por exemplo, inquéritos de avaliação da satisfação dos mesmos^{4,24}. O retorno dos clientes assim como as reclamações devem ser encaradas como oportunidades de melhoria. Devendo haver um tratamento adequado de qualquer reclamação^{24,29}.

3.3.8 Reclamações

Reclamações são todas as expressões de desagrado relativamente ao serviço prestado, quer sejam verbais ou escritas. Todas as reclamações recebidas por parte dos clientes devem ser cuidadosamente analisadas e registadas e tidas em conta como sendo sempre oportunidades de melhoria^{4,24,29}.

O laboratório deve ter uma política e procedimento para tratar todas as reclamações, de modo a providenciar as linhas de orientação de como receber, avaliar, rastrear, documentar, resolver e monitorizar as reclamações dos clientes^{4,24}. Deve informar-se o cliente dessa metodologia, assim como do resultado do tratamento da reclamação apresentada. O tratamento de reclamações inclui o seu registo, investigação (análise de causas) e conclusões (correções e ações corretivas)^{24,29}.

3.3.9 Controlo de trabalho de ensaio e/ou calibração não conforme

Quando detetado trabalho não conforme é importante efetuar o seu registo, fazer uma análise de causas e registar as conclusões com as respetivas correções e ações corretivas. O laboratório deve garantir que sejam atribuídas a responsabilidade e a autoridade para a

gestão do trabalho não conforme, pois poderá ser necessário tomar medidas corretivas ou preventivas de forma a que o SG e o serviço prestado ao cliente não seja afetado. Deve ser imediatamente empreendida uma correção, e se necessário, uma ação corretiva. Sempre que necessário, o cliente deve ser informado do impacto do trabalho não conforme, nomeadamente das amostras afetadas, e o trabalho reavaliado^{4,24,29}. As não conformidades devem ser tratadas do início ao fim, de forma a tornar mais fácil analisar as frequências e as tendências destas, o que permite tomar medidas corretivas ou preventivas mais adequadas.

3.3.10 Melhoria

O objetivo deste requisito é melhorar continuamente a eficácia do SG, aumentando a probabilidade de atingir a satisfação dos clientes, através da utilização da política da qualidade, dos objetivos da qualidade, dos resultados de auditorias, da análise de dados, das ações corretivas e preventivas e da revisão pela gestão^{4,24}. A melhoria é demonstrada através do desenvolvimento e compromisso, da liderança e envolvimento ativo demonstrados pelos colaboradores a todos os níveis, da integração dos objetivos e o seu desdobramento a todas as funções e atividades, encorajamento da inovação e criatividade, da focalização nas pessoas e no trabalho de equipa, das ações de revisão e planeamento do SG e da formalização das mudanças⁴.

3.3.11 Ações corretivas

Uma ação corretiva é utilizada para eliminar a causa de uma não conformidade detetada ou de outra situação indesejável, devendo a sua implementação ser adequada à dimensão do problema⁴.

O procedimento de ações corretivas deve começar pelo seu registo e por uma investigação para determinar as causas que levaram à não conformidade^{24,29}. O laboratório deve estabelecer os responsáveis com autoridade apropriada para implementar as ações corretivas necessárias para impedir que uma dada não conformidade identificada se repita^{4,24}. É necessário definir o método para a avaliação da eficácia da ação corretiva, fazer o acompanhamento da implementação, a avaliação da eficácia e o fecho e conclusões da mesma^{24,29}.

3.3.12 Ações Preventivas

As ações preventivas, em paralelismo, com o referido no ponto anterior, são ações para eliminar as causas de potenciais não conformidades ou de outras potenciais situações indesejáveis, e também, para promover a melhoria do sistema da qualidade, uma vez que é um processo proativo de identificação de oportunidades de melhoria^{4,24}.

É importante que seja feito o seu registo e a análise cuidada das potenciais causas. O laboratório deve estabelecer as regras para implementar as ações preventivas necessárias para impedir que uma potencial não conformidade ocorra. Para que sejam aplicadas devem ser desenvolvidos, implementados e acompanhados planos de ação de forma a diminuir a ocorrência de não conformidades, incluindo a realização de controlos destinados a garantir a sua eficácia^{4,24,29}.

3.3.13 Controlo dos registos

O laboratório deve definir um procedimento relativo ao controlo de registos onde deve estabelecer e manter regras, condições e responsabilidades para identificação, recolha, indexação, acesso, arquivo, armazenamento, manutenção, conservação, períodos de retenção e eliminação dos registos técnicos e da qualidade. Estes devem incluir relatórios de auditorias internas e das revisões pela gestão, assim como o registo das ações corretivas e preventivas^{4,24}.

Os registos devem ser legíveis, armazenados e conservados em local seguro a fim de evitar estragos ou deteriorações e a sua perda, e com garantia de confidencialidade. Para salvaguardar possíveis perdas, é necessário fazer cópias de segurança dos registos, em suporte eletrónico²⁴. A empresa deve ter definida uma política de alteração de registos que deve ser aplicável a registos em suporte físico e em suporte informático e definidos os períodos de conservação de registos. Todas as alterações aos registos devem ser assinadas ou rubricadas pela pessoa que efetuar a correção^{24,29}.

3.3.14 Auditorias internas

As auditorias internas são uma ferramenta importante na identificação de falhas do SG e na verificação da eficiência da política da qualidade, para melhorar o seu desempenho e, de uma forma consistente, irem ao encontro dos requisitos normativos aplicáveis^{4,29}. De modo a verificar se todas as operações relativas às atividades dos laboratórios continuam

a satisfazer os requisitos do sistema de gestão e da norma NP EN ISO/IEC 17025, a empresa deve elaborar um programa de auditorias internas, anual para os requisitos normativos e até 5 anos para ensaios do âmbito da acreditação, devendo abranger todos os elementos do sistema de gestão^{4,24}. Estas são efetuadas pela organização ao seu próprio sistema, procedimentos e instalações, sendo responsabilidade do gestor da qualidade^{24,29}.

As auditorias devem ser efetuadas por colaboradores devidamente qualificados, treinados e independentes da área a auditar. Finda a auditoria, o auditor tem de apresentar um relatório da mesma, referindo os aspetos observados que podem ser melhorados ou que não se encontrem conformes^{24,29}.

3.3.15 Revisões pela gestão

A revisão pela gestão deve ser efetuada segundo um programa de procedimentos pré elaborados, no mínimo, uma vez por ano e deve ser conduzida pela gestão de topo, que analisa os resultados do desempenho da organização. Têm como objetivo avaliar a adequação e eficácia do SG implementado, ou seja, é uma oportunidade de se fazer uma avaliação do funcionamento do sistema, constatando-se quais os objetivos que foram atingidos e os que ficaram por atingir. Pretende-se, também, verificar a aplicação efetiva dos procedimentos e outros documentos de importância e relevância para as atividades desenvolvidas pelo laboratório. Neste requisito é possível estabelecer novos objetivos, introduzir alterações ou as melhorias necessárias ao sistema^{4,24}.

Deve ter em conta a adequação das políticas e procedimentos, os relatórios do pessoal dirigente e supervisor, os resultados das auditorias internas, as ações corretivas e preventivas, as avaliações efetuadas por organismos externos, os resultados de comparações interlaboratoriais ou de ensaios de aptidão, as alterações do volume e do tipo de trabalho, o retorno de informação dos clientes, as reclamações, as recomendações de melhoria e outros fatores relevantes^{24,29}.

Sempre que se realiza uma reunião de revisão pela gestão é elaborada uma ata, com o objetivo de formalizar a revisão do SGQ implementado de acordo com os requisitos da norma NP EN ISO/IEC 17025:2005. As ações resultantes devem ser registadas e realizadas dentro de um prazo adequado e acordado, devendo as conclusões relevantes ser divulgadas a todo o pessoal do laboratório. Deve, também, incluir as metas, os objetivos e os planos de ação para a revisão seguinte^{24,29}. A revisão do SQ é avaliada pela evolução

e atualização dos procedimentos escritos e pelos registos das reuniões realizadas na implementação das ações corretivas⁴⁶.

3.4 Requisitos técnicos da NP EN ISO/IEC 17025

3.4.1 Generalidade

Neste grupo dos requisitos técnicos são enumerados os fatores que podem influenciar a exatidão e fiabilidade dos resultados dos ensaios realizados no laboratório. Estes fatores incluem fatores humanos, instalações e condições ambientais, métodos de ensaio e calibração e validação de métodos, equipamento, rastreabilidade das medições, amostragem e manuseamento de itens a ensaiar ou calibrar. O laboratório deve ter em conta estes fatores no desenvolvimento de métodos e procedimentos de ensaio, na formação e qualificação do pessoal e na seleção e calibração do equipamento utilizado, de forma a minimizar a sua influência no resultado final, uma vez que cada um deles varia consoante o ensaio e o equipamento em questão²⁴.

3.4.2 Pessoal

O pessoal é uma componente imprescindível do trabalho numa empresa. Deste modo, todos os colaboradores devem ser devidamente treinados e formados, para garantir a sua competência, qualificação contínua e manutenção das competências, de forma a irem ao encontro dos requisitos de desempenho estabelecidos^{24,29}.

A empresa deve definir os objetivos quanto à competência do pessoal do laboratório. Devem estar descritas as qualificações mínimas exigidas para os diferentes cargos ou funções no laboratório e haver registo da descrição das funções e da qualificação de cada colaborador, e que estas sejam adequadas ao desempenho da sua função. Esta informação deve estar facilmente acessível e incluir a data em que a autorização e/ou a competência foi confirmada. O laboratório deve proporcionar ações de formação, adequadas às funções de cada elemento quando foram identificadas necessidades. A eficácia das ações de formação implementadas deve ser avaliada^{24,29}.

3.4.3 Instalações e condições ambientais

É importante que as condições das instalações do laboratório, incluindo as fontes de energia, a iluminação e as condições ambientais, sejam as corretas, de forma a não invalidar os resultados gerados ou afetar negativamente a qualidade exigida pelo SGQ do laboratório. Devendo haver um especial cuidado quando as amostragens e/ou os ensaios forem realizados em locais que não sejam as suas instalações permanentes. Assim, para evidenciar o controlo das condições adequadas conforme exigido, o laboratório deve monitorizar, controlar e registar as condições ambientais (por exemplo, pressão, temperatura, humidade), de forma a garantir a proteção contra variações excessivas^{24,29}.

No caso do laboratório de Microbiologia este requisito torna-se essencial, devendo todo o processo seguir a “marcha em frente”, garantindo que as áreas onde se realizem atividades incompatíveis estejam separadas de forma a evitar contaminações cruzadas^{24,29}.

3.4.4 Métodos de ensaio e calibrações e validação dos métodos

Os métodos de ensaio são procedimentos técnicos definidos para a realização de ensaios. A empresa deve utilizar métodos e procedimentos apropriados para a sua atividade e que satisfaçam as exigências dos clientes. Estes incluem amostragem, manuseamento, transporte, armazenamento e preparação dos itens a ensaiar. Na escolha dos métodos de ensaio utilizados devem ser considerados os que foram publicados em normas internacionais, regionais ou nacionais, devendo garantir que utiliza a edição em vigor de cada norma. Quando não existe um método que satisfaça as necessidades, o laboratório pode utilizar um método desenvolvido internamente, desde que esteja devidamente validado. Quando o cliente não especificar qual o método a utilizar, o laboratório deve selecionar métodos adequados, devendo informar sobre o método escolhido^{24,29}.

A introdução de métodos de ensaio desenvolvidos pelo laboratório deve ser uma atividade planeada e atribuída a pessoal qualificado²⁴. No caso de novos métodos, antes da realização dos ensaios deverão ser elaborados procedimentos com a descrição adequada necessária. Quando é necessário validar um método interno de ensaio deve efetuar-se a sua descrição e caracterização^{24,29}. Torna-se então necessário demonstrar que este método, nas condições em que é praticado, gera resultados com a qualidade exigida³⁰.

A validação do método é a confirmação, através de exame e apresentação de evidência objetiva, de que os requisitos específicos relativos a uma dada utilização pretendida são satisfeitos²⁴. A validação de um método pode ser feita através de uma avaliação direta ou

indireta²⁹. A empresa tem ainda de estimar a incerteza da medição, com exceção dos casos em que os resultados sejam qualitativos ou semi-quantitativos, ou em ensaios normalizados em que o laboratório siga o método e a apresentação de resultados descrita na norma. A calibração estabelece a relação entre os valores e incertezas de medição fornecidos por padrões e indicações sobre incertezas associadas, após esta relação obtém-se um resultado de medição a partir de uma indicação^{24,29}.

De modo a garantir a qualidade dos resultados apresentados aos clientes, estes são sujeitos a um rigoroso processo de controlo, através de mecanismos de monitorização e validação³¹. O laboratório deve ainda fazer um controlo dos dados para os cálculos e transferência de dados^{24,29}.

3.4.5 Equipamento

Para a correta realização dos ensaios, o laboratório deve dispor de todo o equipamento adequado ao uso pretendido. A empresa deve fazer o registo e identificação de cada equipamento e elaborar um programa de calibrações, verificações e manutenções apropriadas tanto a cada equipamento como ao seu software. Devem existir procedimentos com instruções de utilização, verificação, calibração e manutenção de todos os equipamentos. Tanto o equipamento como o respetivo software têm de satisfazer as especificações importantes para os ensaios e devem ser protegidos contra possíveis ajustes que invalidem os resultados^{24,29}.

Os equipamentos utilizados podem ser calibrados interna ou externamente. No caso de calibrações externas, o laboratório que efetua a calibração tem de ser acreditado (laboratório metrológico acreditado), devendo ser respeitados os requisitos da norma NP EN ISO/IEC 17025, uma vez que o equipamento pode ter um impacto significativo na exatidão do resultado. Cada equipamento utilizado em ensaios, com influência no resultado, que necessite de calibração deve ser etiquetado para indicar o estado de calibração. Devem ser ainda determinados os erros máximos aceitáveis (EMA), segundo os requisitos das normas de ensaio. Este requisito torna os resultados obtidos pelo laboratório mais credíveis, pois todos os equipamentos ao estarem devidamente calibrados e certificados vão estar de acordo com as exigências normativas^{24,29}.

A manutenção do equipamento é, também, um fator importante para a qualidade do equipamento, e pode ser feita pelo laboratório ou por uma entidade externa. Devem também ser feitas verificações intermédias das características metrológicas e funcionais dos

equipamentos entre calibrações e ensaios de modo a controlar a aptidão ao uso, permitindo detetar atempadamente avarias ou falhas ^{24,29}.

3.4.6 Rastreabilidade das medições

Todo o equipamento utilizado para ensaios que tenha um impacto significativo sobre a exatidão ou a validade do resultado do ensaio deve ser calibrado antes de entrar ao serviço. Deste modo, a rastreabilidade das medições deve ser assegurada pelos padrões utilizados nas calibrações dos equipamentos e nos padrões de referência do laboratório, utilizados nas verificações intermédias, tanto de equipamento como de padrões e no transporte, armazenamento, manuseamento e utilização, como forma de manter a segurança e a integridade deste ^{24,29}.

No caso das calibrações de equipamentos, a rastreabilidade deve ser feita ao Sistema Internacional de Unidades, utilizando comparações a padrões primários. No caso da rastreabilidade das medições químicas, a comparabilidade dos resultados é entre MRC, participações em ECI's ou recorrendo a métodos de referência. Sempre que possível, é exigida a participação num programa adequado de ECI's ^{24,29}.

O laboratório deve ter um programa e procedimentos para a calibração dos seus padrões de referência, efetuada por um organismo que possa proporcionar a rastreabilidade. Estes padrões de referência devem ser utilizados apenas para calibração, devendo ser calibrados antes e depois de cada ajuste ^{24,29}.

3.4.7 Amostragem

A amostragem refere-se à recolha de uma amostra de forma representativa do todo para ensaio (substância, material ou produto). Quando não for possível garantir que a recolha seja representativa, deve-se recorrer a testes estatísticos. O laboratório deve ter um plano de amostragem e procedimentos para o registo dos dados e operações relevantes relacionados com a amostragem. O processo de amostragem deve especificar os fatores a controlar, para garantir a validade dos resultados do ensaio ^{24,29}.

3.4.8 Manuseamento dos itens a ensaiar ou calibrar

O laboratório deve ter procedimentos que estabeleçam condições para o transporte, receção, manuseamento, proteção, armazenamento, conservação e/ou eliminação de amostras, de modo a proteger a integridade das mesmas. O manuseamento das amostras deve estar claro, tanto nos planos como nos procedimentos relativos aos diferentes tipos de amostras e etapas ao longo do processo de análise e as amostras devem, também, ser identificadas de forma clara/inequívoca. Estes procedimentos devem estar disponíveis para os colaboradores que efetuam essas atividades. Aquando da sua receção, devem registar-se as anomalias ou desvios relativamente às condições normais ou especificadas^{24,29}.

3.4.9 Garantir a qualidade dos resultados de ensaio e de calibração

Para garantir a qualidade dos resultados de ensaio e de calibração é necessário haver procedimentos de controlo da qualidade e registos para monitorizar a sua validade. Estes permitem a deteção de tendências, de forma a aplicar, sempre que adequado, técnicas estatísticas na análise dos resultados, assim como verificar e avaliar a exatidão e a precisão dos resultados. Esta monitorização deve ser planeada e revista, podendo levar à necessidade do recurso regular ao controlo da qualidade externo e/ou interno^{24,29}.

A exatidão pode ser determinada e controlada recorrendo à participação em ECI's e ao uso de MRC (controlo da qualidade externo), e caso não seja possível, o laboratório deve comparar os resultados dos seus métodos com métodos de referência e realizar ensaios de recuperação. A variabilidade dos resultados ao longo do tempo pode ser evidenciada, por exemplo, através da realização de ensaios em duplicado e do recurso a padrões de controlo interno em cada série de trabalho^{24,29}.

Os dados de controlo da qualidade devem ser analisados e, quando não satisfaçam os critérios predefinidos, devem ser tomadas ações planeadas para corrigir o problema e evitar a apresentação de resultados incorretos^{24,29}.

3.4.10 Apresentação dos resultados

Os resultados de ensaios realizados pelo laboratório devem ser apresentados de forma exata, clara, inequívoca e objetiva, e de acordo com as instruções específicas dos métodos de ensaio ou calibração. Os resultados devem ser apresentados num Relatório de Ensaio

ou num Boletim Analítico, onde devem estar incluídas todas as informações solicitadas pelo cliente, necessárias para a interpretação dos resultados e exigidas pelo método utilizado. Estes devem conter no mínimo: título; identificação (do laboratório, do local das análises, do boletim analítico, do cliente, do método, da amostra, plano e procedimento de amostragem, ensaios subcontratados, função, nome e assinatura do responsável pela aprovação); datas (de amostragem, receção, análise e validação); resultados, unidades e declaração que os resultados dizem respeito apenas à amostra analisada; desvios, adições ou exclusões ao método utilizado; declaração de conformidade; incerteza; opiniões e interpretações (se aplicável) e informação complementar^{24,29}.

Todas as emendas efetuadas no Boletim Analítico obrigam a uma nova emissão do mesmo. Este deve ser identificado de modo inequívoco e conter uma referência ao documento original que substitui^{24,29}.

4 Auditorias

Auditoria da qualidade é um processo sistemático, independente e documentado, que visa verificar a eficácia de um sistema implementado, de modo a atingir os objetivos e padrões pré-estabelecidos, servindo como mecanismo de retro alimentação e aperfeiçoamento do próprio sistema^{47,48}. Permite obter evidências de auditoria e avaliá-las objetivamente de forma a determinar até que ponto os critérios de auditoria (conjunto de políticas, procedimentos ou requisitos) satisfazem as disposições pré-estabelecidas, se estão, efetivamente, implementadas e se são adequadas para atingir os objetivos^{16,48,49}. Os critérios devem ser qualitativos e/ou quantitativos. Durante uma auditoria são constatadas evidências de auditoria (registos, declarações de facto ou outras informações relevantes e verificáveis), que por comparação com os critérios de auditoria permite fazer uma avaliação dos resultados⁴⁹. Deste modo, a auditoria de qualidade consiste no levantamento dos dados necessários à correta análise e avaliação do cumprimento dos requisitos do referencial, incluindo os requisitos associados aos produtos e aos processos, tendo em vista a deteção atempada de deficiências⁵⁰. Consequentemente, o seu carácter é mais de prevenção do que de correção de problemas⁵¹.

A organização deve estabelecer um programa de auditorias que contribua para a determinação da eficácia do sistema de gestão. Devem ser estabelecidos objetivos, sendo que a execução do programa de auditorias deve ser monitorizada de modo a garantir que estes objetivos são alcançados⁴⁹. A avaliação de qualquer atividade compreende verificar se a atividade está suficiente e adequadamente documentada, se os documentos aplicáveis são compreendidos e seguidos, e avaliar se as práticas e os procedimentos estabelecidos são eficazes¹⁶.

A auditoria visa verificar se as atividades relativas ao sistema e os resultados associados estão conformes com as disposições previstas, de modo a determinar a eficácia do sistema, a sua conformidade com os critérios da auditoria, se tem sido adequadamente implementado e mantido e identificar áreas de potenciais melhorias¹⁶. É caracterizada pela dependência de uma série de princípios, de forma a torná-la um instrumento eficaz e fiável de apoio às políticas e aos controlos da gestão, fornecendo informações que permitem a uma organização melhorar o seu desempenho. Deste modo, a auditoria assenta em 6 princípios: a integridade, apresentação justa, cuidado profissional, confidencialidade, independência, e abordagem baseada em evidências⁴⁹.

Existem dois tipos de auditoria, a auditoria interna e a auditoria externa. As auditorias internas, também chamadas de auditorias de primeira parte, são executadas pela própria organização, para revisão de gerência ou outros propósitos internos. As auditorias externas incluem auditorias de segunda e terceira parte. As auditorias de segunda parte são executadas por partes interessadas na organização, enquanto que as auditorias de terceira parte são executadas por organizações de auditoria independentes, para fins legais e regulamentares e para certificação^{16,43,49,52}.

4.1 Auditorias Internas

Auditoria interna é uma auditoria efetuada por uma organização aos seus próprios sistemas, procedimentos e instalações, recorrendo a pessoal próprio qualificado ou auditores contratados⁵³. As auditorias internas podem constituir a base para a auto declaração de conformidade de uma organização⁴⁹. Como já referido na norma NP EN ISO/IEC 17025, o objetivo das auditorias internas é ajudar na identificação de atividades que necessitem de ações corretivas para melhorar o seu desempenho e, de uma forma consistente, irem ao encontro dos requisitos normativos aplicáveis^{4,29,53}. As organizações devem conduzir auditorias internas em intervalos de tempo planeados para avaliar se o sistema de gestão da qualidade está conforme com os requisitos da Norma e com os requisitos do sistema de gestão da qualidade estabelecidos pela organização e se está implementado e mantido com eficácia^{52,54}.

Deve existir um plano anual de realização de auditorias, que abrange todos os requisitos da norma NP EN ISO/IEC 17025, devendo cada requisito ser auditado, pelo menos, uma vez por ano^{29,53}. Este tipo de auditoria tem como objetivo garantir que os métodos acreditados são auditados uma vez a cada ciclo de acreditação e os restantes, pelo menos, uma vez a cada 5 anos⁴.

As auditorias devem ser realizadas por colaboradores devidamente qualificados, treinados e independentes da atividade a auditar^{24,53}. Devendo o auditor ter conhecimentos na área da qualidade e na área técnica que vai auditar⁵³.

Antes de uma auditoria deve ser recolhida e revista toda a informação relevante para a realização da mesma e preparados documentos de trabalho para a referência e registo de evidências⁴⁹. Uma auditoria envolve¹⁶:

- Troca de impressões com as pessoas das áreas auditadas, de forma a verificar o nível de conhecimento, compreensão das tarefas e responsabilidades.
- Análise da documentação, para verificar a existência da documentação de suporte.
- Observação direta da realização de trabalhos, para verificar a compreensão e correta implementação dos procedimentos, a adequabilidade dos recursos e examinar os resultados de atividades que possam evidenciar a eficácia do sistema.
- Inspeção de itens e trabalhos, com vista a verificar que os itens estão a ser produzidos dentro das especificações e constatar a eficácia dos métodos de monitorização e medição.
- Verificar o uso correto de equipamentos e se a sua manutenção é adequada.

Após a realização da auditoria é recolhida toda a documentação relevante para determinar conformidade do sistema, conforme documentado, com os critérios de auditoria e reunir informação para suportar as atividades de auditoria. Por fim, é feito um relatório onde são registadas todas as constatações.

Após uma consideração dos objetivos da auditoria e de todas as constatações, permite indicar conformidades ou não conformidades⁴⁹. Uma não conformidade é a não satisfação de um requisito especificado⁵⁵, podendo ser um desvio involuntário a um requisito do sistema de gestão implementado ou a um requisito definido pelo cliente⁵⁶. As não conformidades e as evidências que suportam as constatações devem ser registadas, sendo elaborado um plano de ações corretivas onde se determinam as causas das constatações e respetivas correções a implementar^{24,29,49}. O tratamento das não conformidades envolve a identificação e análise das causas de forma a evitar repetições, a sua correção no caso de uma correção simples e direta, descrição e implementação da ação corretiva, o acompanhamento da ação corretiva e a avaliação da sua eficácia⁵⁶. As conclusões podem conduzir à identificação de oportunidades de melhoria ou ao registo de boas práticas.


4.2 Auditorias realizadas


A realização das auditorias envolve um estudo prévio do método a auditar, de modo a que seja possível no decorrer da auditoria, haja conhecimento de que toda a metodologia é


cumprida e os equipamentos e reagentes utilizados estão corretos. Dependendo da extensão dos métodos e da disponibilidade das analistas, o tempo necessário para a sua realização é variável. Sendo que é necessário o acompanhamento da analista ao longo de todo o método desde a preparação da amostra a analisar até à emissão dos resultados (auditoria presencial).


O relatório de auditoria deve fornecer um registo completo, preciso, conciso e claro da auditoria⁴⁹. A sua elaboração requer o registo de todas as constatações identificadas, devendo conter a data da realização da auditoria e elaboração do relatório, identificação da equipa auditora, identificação e registo das analistas auditadas, e documentos, ensaios e equipamentos auditados⁵³.


Tabela 4. Estrutura do relatório de auditoria técnica utilizado na Silliker.

	RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria:	
					Auditora:	
					Método:	
Item	Pessoa auditada	C	NC	NA	Comentários	Nº NC
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?						
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?						
O procedimento é seguido pelos analistas?						
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.						
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?						

	RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria:	
					Auditora:	
					Método:	
Item	Pessoa auditada	C	NC	NA	Comentários	Nº NC
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).						
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?						
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?						

	RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria:	
					Auditora:	
					Método:	
Item	Pessoa auditada	C	NC	NA	Comentários	Nº NC
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?						
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?						
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?						
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.						
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando						

	RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria:	
					Auditora:	
					Método:	
Item	Pessoa auditada	C	NC	NA	Comentários	Nº NC
aplicável). c) N.º do boletim analítico.						
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?						
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.						
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?						
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?						

	RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria:	
					Auditora:	
					Método:	
Item	Pessoa auditada	C	NC	NA	Comentários	Nº NC
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?						
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável						

O relatório é dividido em várias partes. Na primeira parte é verificada a conformidade acerca da norma que é auditada e se esta é seguida devidamente e é registada a auditoria presencial, onde se verifica o ensaio escolhido para ser auditado, a existência de impressos associados e a sua validação, a conformidade dos equipamentos, material de vidro e reagentes utilizados. De seguida é verificada se a validação do método foi efetuada e se está atualizada. Numa terceira parte é registada a auditoria vertical, na qual é verificada a rastreabilidade ao método através de um Boletim Analítico já emitido, incluindo a verificação dos cálculos associados ao método. Também é verificada a qualificação da analista para o desempenho das suas funções.

Na realização do relatório da auditoria é também avaliada a qualidade dos resultados obtidos através da verificação da rastreabilidade, a realização de duplicados e de ensaios em branco e a utilização de DPCS. Abertas as notas de não conformidades, sempre que aplicável, foi implementada uma ação corretiva, sendo necessária a verificação da sua eficácia.

No total foram auditados 17 métodos no laboratório de química (química clássica e métodos instrumentais de análise).

Tabela 5. Conjunto de auditorias realizadas no laboratório de química clássica.

NP 1987:2002	Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.
NP 475:1983	Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.
PAFQ.363.0	Determinação de colagénio.
PAFQ.232.1	Géneros alimentícios e alimentos para animais. Determinação de matéria gorda total pelo método ANKOM.
NP 1614-1:2009	Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de humidade. Parte 1: Método de referência.
EN ISO 8968-1:2014	Leites. Determinação do teor de proteína bruta. Técnica de Kjeldhal.
ISO 3960:2010	Animal and vegetable fats and oils – Determination of peroxide value – Iodometric (visual) endpoint determination.
ISO 660:2009	Animal and vegetable fats and oils – Determination of acid value and acidity.
NP 1841-2:2009	Produtos de pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto de trimetilamina (N-TMA). Parte 2: Método espectrofotométrico.
PAFQ.211.0	Determinação do resíduo seco solúvel. Método refratométrico.
PAFQ.069B.2	Determinação de matéria gorda total.
PAFQ.996.1	Cálculo de hidratos de carbono e energia.
ISO 3961:2013	Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value.
NP 1152:1975	Especiarias. Determinação da cinza total.
NP EN ISO 5983-2:2009	Alimentos para animais. Determinação do teor de azoto e cálculo do teor de proteína bruta. Parte 2: Método de mineralização em bloco e destilação pelo vapor.
NP 3294:2005	Gelados alimentares e misturas embaladas para congelar. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Rose Göttlieb – Método de referência.

Tabela 6. Conjunto de auditorias realizadas no laboratório de métodos instrumentais de análise.

EN 12822:2014	Foodstuffs – Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography – Measurement of α -, β -, γ - and δ - tocopherol.
---------------	---

4.2.1 Auditorias no laboratório de química clássica

4.2.1.1 NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.

Resumo do procedimento: Hidrólise da amostra em ácido sulfúrico a 105°C. Filtração e diluição do hidrolisado. Oxidação da hidroxiprolina pela cloramina-T, seguida da formação de um composto vermelho com p-dimetilaminobenzaldeído medido espectrofotometricamente a 558nm⁵⁷.

Durante a auditoria foram evidenciadas algumas não-conformidades, apesar de a analista ter cumprido com o descrito na norma NP 1987.

Quanto aos equipamentos constatou-se:

1. A manutenção mensal da estufa 14H não foi feita no mês de Outubro, tendo a última manutenção sido realizada em 2016-09-22. A ausência de manutenção foi justificada pela analista por falta de disponibilidade do equipamento ou da própria.
2. Ausência da verificação diária da temperatura do frigorífico 35H e da verificação diária da balança 2A no dia 2016-11-02.
3. Ausência da verificação semanal do espectrofotómetro 78C, tendo a última verificação sido realizada em 2016-09-22.

Nas não conformidades 1, 2 e 3 as analistas foram sensibilizadas para a realização de verificação/manutenção dos equipamentos pelos quais estão responsáveis.

4. Não evidência da rastreabilidade ao impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) de verificação diária tanto da estufa 14H como do banho 9C. Foi necessário verificar todas as cartas de controlo da analista, de modo a identificar as que não apresentavam rastreabilidade e fazer nova cópia rastreável.
5. O impresso IQ.35.1 Manutenção do banho 9C, evidenciava rastreado o procedimento PME.05, no entanto, a manutenção era realizada segundo o PEQ.05. Foi necessário proceder à correção do impresso.


Manutenção de Equipamento

Equipamentos: Bateria com agitação

Frequência: Hensel

N.º: 9C

Procedimento: PNB, 05

Localização: 

Responsável: INOVATI

[illegible][illegible]

Observações/notas:
Em caso de desvio, abrir uma nota de não conformidade.

IQ 35.1

SILLIKER PORTUGAL, S.A.
Rua Industrial dos Terços, 44
4410-477 Carelas - V. N. Gaia
Tel. (+351) 22 715 08 20
info@silliker.pt
www.silliker.pt

Figura 4. Evidência do preenchimento incorreto do impresso IQ.35.1 Manutenção do banho 9C.

Quanto ao material de vidro constatou-se:

6. Ausência de certificados de lote de 3 balões volumétricos, 3 provetas e 1 pipeta volumétrica. E ainda 1 lote de balões volumétricos e 2 de pipetas volumétricas que não cumpriam com a data de validade definida no PEQ.07.0 (5 anos)⁵⁸.

Quanto aos reagentes constatou-se:

7. Não evidência da rastreabilidade ao impresso IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC onde estavam registadas a solução de ácido sulfúrico, a solução tampão e a solução padrão de hidroxiprolina. Também não foi

evidenciado o certificado de lote do 1-propanol (lote P1E025271E), nem o pedido no impresso IQ.139.0 Pedido de certificados de lotes em falta.

Na realização da auditoria vertical constatou-se:

8. A analista rastreou balanças diferentes na lista de trabalho (balança 2A) e no impresso IQ.76.1C Reta de calibração da hidroxiprolina (balança 2F).
9. Erro de transcrição do valor da concentração em hidroxiprolina da diluição do hidrolisado da amostra nº 2016/073853 (1,00260 µg/ml) para o LIMS (1,002060 µg/ml).

O relatório completo da auditoria encontra-se em Anexo (Anexo 1).

4.2.1.2 NP 475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.

Resumo do procedimento: Secagem em estufa de uma determinada quantidade de leite até obtenção do mínimo de massa (antes de se verificar o aumento de massa devido à oxidação) e cálculo do resíduo seco isento de matéria gorda⁵⁹.

Ao longo da auditoria constatou-se:

1. Ausência de manutenção mensal de Outubro da estufa 14D, tendo a última manutenção sido realizada em 2016-09-22. Ausência dos registos no impresso IQ.112.5 da verificação do banho 16J, sendo que o último registo foi efetuado em 2016-05-17.
2. O método necessita de revalidação, uma vez que a precisão intermédia foi atualizada em 2008 e a incerteza em 2007, ou seja, já não é validado há mais de 5 anos.

O relatório completo da auditoria encontra-se em Anexo (Anexo 2).

CARTA DE CONTROLO (B)

Equipamento: Bal. Procedimento: PAFQ.014 Responsável: B. Le. k. S.
 N.º: 16 Temperatura alvo/parâmetro a controlar: 40 ± 1 Mês/Ano: 2016
 Localização: Química Frequência: 3x por semana
 Hora: 17h00

Período: Manhã

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31
15/1	25/1	11/2	3/2	15/2	2/2	21/2	1/3	11/3	20/3	8/3	5/4	12/4	26/4	21/4	15/5	10/5	4/5													

Período: Tarde

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31
15/1	25/1	11/2	3/2	15/2	2/2	21/2	1/3	11/3	20/3	8/3	5/4	12/4	26/4	21/4	15/5	10/5	4/5													

Observações/Notas:

L. M. C.

SILKER
a Méliex NutriSciences Company

SILKER PORTUGAL, S.A.
Rua de São João da Boa Vista, 44
4470-017 (Cabeceira de V. N. Gaia)
Tel. (+351) 22 715 40 00

RL.112.5

Figura 5. Evidência da falta de registo da verificação do banho 16J no impresso IQ.112.5.

4.2.1.3 PAFQ.363.0 Determinação de colagénio.

Resumo do procedimento: Determinação, por cálculo, do colagénio partindo do teor de hidroxiprolina obtido de acordo com a norma portuguesa NP 1987⁶⁰.

Nesta auditoria foi realizada apenas a auditoria vertical, uma vez que se trata apenas de um cálculo. Não foi evidenciada nenhuma não conformidade, pelo que foi verificada a devida rastreabilidade e os cálculos no LIMS estão corretos.

O relatório completo da auditoria encontra-se em Anexo (Anexo 3).

4.2.1.4 PAFQ.232.1 Géneros alimentícios e alimentos para animais. Determinação de matéria gorda total pelo método ANKOM.

Resumo do procedimento: Pesagem da amostra para dentro de um saco ANKOM e tratamento com ácido clorídrico 4N fervente de modo a libertar as frações lipídicas. Lavagem do resíduo e, após secagem, extração pelo éter de petróleo da matéria gorda retida. Secagem dos sacos e determinação, por diferença de massas, do teor de matéria gorda total⁶¹.

Apesar de se ter confirmado, durante a auditoria, que o procedimento é seguido na íntegra pela analista, foram constatadas algumas não conformidades.

1. Emendas manuscritas de 2012-11-14 e 2016-04-21, o que não cumpre com o definido no PGQ.03 Gestão da documentação, uma vez que deveria ter sido emitida uma nova revisão/edição logo que possível, num prazo máximo de 6 meses após a data da emenda⁶². Foi necessário a atualização do procedimento.
2. Ausência da manutenção em Outubro da estufa 14B, não conformidade que já tinha sido detetada e registada.
3. Uso de provetas graduadas de material de vidro classe B, onde não são identificados lotes, o que não cumpre com o definido no PEQ.07 Material de vidro, devendo ser utilizado sempre material volumétrico de vidro de classe A e AS⁵⁸.
4. Em relação ao equipamento ANKOM não foi evidenciado nenhum procedimento relativo à sua utilização, verificação e manutenção, pelo que não foi constatada nenhuma operação de verificação e/ou manutenção. Aquando da atualização do procedimento, acrescentou-se um capítulo relativo a este equipamento.

O relatório completo da auditoria encontra-se em Anexo (Anexo 4).

4.2.1.5 NP 1614-1:2009 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de humidade. Parte 1: Método de referência.

Resumo do procedimento: Mistura completa da toma para análise com areia e secagem a $(103 \pm 2) ^\circ\text{C}$ até massa constante⁶³.

As não conformidades detetadas foram:

1. Ausência da manutenção em Outubro da estufa 14H, pelo que já havia não conformidade registada.
2. Quanto à validação do método, não foi evidenciado o estudo da precisão intermédia para este método e a incerteza foi pela última vez atualizada em 2005, pelo que necessita de revalidação.

O relatório completo da auditoria encontra-se em Anexo (Anexo 5).

4.2.1.6 EN ISO 8968-1:2014 Leites. Determinação do teor de proteína bruta. Técnica de Kjeldhal.

Resumo do procedimento: Digestão da amostra numa mistura de ácido sulfúrico concentrado e sulfato de potássio. É utilizado sulfato de cobre (II) como um catalisador para converter qualquer azoto orgânico presente em sulfato de amónio. A função do sulfato de potássio é elevar o ponto de ebulição do ácido sulfúrico e proporcionar uma mistura oxidante mais forte para a digestão. O excesso de hidróxido de sódio é adicionado à digestão arrefecida para libertar amónia. Esta amónia libertada é destilada a vapor para a solução em excesso de ácido bórico e é realizada a titulação com solução volumétrica padrão de ácido clorídrico. O teor de azoto é calculado a partir da quantidade de amoníaco produzido⁶⁴.

Durante a auditoria evidenciou-se:

1. A analista não seguiu a tabela A1 da norma EN ISO 8968-1, uma vez que pesou 1 g e não 0,5 g como definido. De forma a verificar se esta não conformidade foi esporádica ou não, foram pesquisadas as massas da toma das normas EN ISO 8968-1, NP 1612, EN ISO 5983-2 e EN ISO 20483 (normas relativas ao mesmo método mas para matrizes diferentes), verificando-se de seguida se nas listas de trabalho da analista do mês de Maio as massas correspondem ao definido nas respetivas normas.

Lista de Trabalho Nº 2016/045532

EGI
DATA : 2016/11/28 às 12:53
NOME : Maria de Fátima Vieira dos Santos
CÓDIGO : 000046

AMOST.	MÉTODO	DESCRIÇÃO	RESULTADO	UNID.
89971	PAFQ 063.0	Det de proteína bruta (F=6.25) (2016/12/13)		g/100g
	LEITE UHT MILK GORDO	Massa da toma	5.264	g
		Título HCl	0.1015	N
		Vol HCl gasto ensaio	20.6192	ml
③		proteína*		g/100ml
		Massa volúmica	+	g/ml
89914	EN ISO 8968	Det de proteína bruta (F=6.38) (2016/12/13)		g/100g
		Massa da toma	1.0882	g
		Título HCl	0.1015	N
④		Vol HCl gasto ensaio	13.9042	ml
89917	EN ISO 8968	Det de proteína bruta (F=6.38) (2016/12/13)		g/100g
		Massa da toma	1.0414	g
		Título HCl	0.1015	N
⑤	⑥	Vol HCl gasto ensaio	29.8861	ml
89918	EN ISO 8968	Det de proteína bruta (F=6.38) (2016/12/13)		g/100g
		Massa da toma	25.98	g
		Título HCl	0.1015	N
⑦		Vol HCl gasto ensaio	34.8410	ml
89919	EN ISO 8968	Det de proteína bruta (F=6.38) (2016/12/13)		g/100g
		Massa da toma	1.0816	g
		Título HCl	0.1015	N
⑧		Vol HCl gasto ensaio	28.2671	ml
①		Br c/ SAC : 0.1568 ml		
②		Acetunilido		
		0.1551		
		0.1015	10.14%	
		11.3954		
⑨		Br c/ SAC : 0.0862 ml		
⑩		Milk powder		
		1.0037		
		0.1015	25.43%	
		28.1495		
⑪		Triptofano		
		0.1853		
		0.1015	10.15%	
		17.9210		

Página nº 1 de 1 Rub. Analista: 8 Rub. Responsável:

Figura 6. Evidência da lista de trabalho da analista relativa à pesagem da amostra nº 2016/089917 (leite em pó).

- Preenchimento incorreto do impresso IQ.112.5 Carta de Controlo do digestor de proteínas 118-A, não sendo evidenciado o preenchimento do campo "Procedimento" e no campo de "Observações/notas" a sonda associada está errada (123E). Foram verificadas todas as cartas de controlo utilizadas pela analista para correção desta não conformidade.
- A verificação analítica do digestor é feita com triptofano, mas o procedimento PEQ.75.2 Digestor de proteínas não evidencia a verificação com o triptofano.

O relatório completo da auditoria encontra-se em Anexo (Anexo 6).

4.2.1.7 ISO 3960:2010 Animal and vegetable fats and oils – Determination of peroxide value – Iodometric (visual) endpoint determination.

Resumo do procedimento: Dissolução da amostra em solução de isoctano e ácido acético glacial e adição de iodeto de potássio. O iodeto libertado pelos peróxidos é determinado por titulação com indicador de amido e uma solução standard de tiosulfato de sódio⁶⁵.

Observou-se que a analista segue a norma na íntegra. No entanto, foram constatadas não conformidades.

1. Ausência da validação do impresso IQ.23.0Q Determinação de índice de peróxidos. Todas as não conformidades de impressos não validados foram corrigidas efetuando-se a sua validação.
2. Segundo o ponto 5.10 da norma ISO 3960, o reagente iodato de potássio tem de ser rastreável ao NIST, o que não foi verificado.

O relatório completo da auditoria encontra-se em Anexo (Anexo 7).

4.2.1.8 ISO 660:2009 Animal and vegetable fats and oils – Determination of acid value and acidity.

Resumo do procedimento: Dissolução da amostra com etanol quente e os ácidos presentes são titulados com uma solução de hidróxido de sódio⁶⁶.

Observou-se que a analista segue a norma na íntegra. No entanto, foram constatadas não conformidades.

1. A norma encontrava-se registada no IQ.148 (Índice) - Gorduras e óleos comestíveis - Normas ISO (Pasta2) como ISO 660:2009 e não como EN ISO 660:2009. Não conformidade corrigida no momento, foi efetuada a atualização do índice.
2. Não foi evidenciada a validação do impresso IQ.23.0R Determinação de acidez – Gorduras – EN ISO 660.

O relatório completo da auditoria encontra-se em Anexo (Anexo 8).

4.2.1.9 NP 1841-2:2009 Produtos de pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto de trimetilamina (N-TMA). Parte 2: Método espectrofotométrico.

Resumo do procedimento: Extração dos produtos azotados com solução de ácido tricloroacético e fixação com aldeído fórmico das aminas primárias e secundárias. Extração da trimetilamina com tolueno após alcalinização do extrato. Formação de um complexo corado com ácido pícrico. Medição da absorvância da coloração amarela, num comprimento de onda de 410nm, contra ensaio em branco⁶⁷.

Durante a auditoria foram evidenciadas as seguintes não-conformidades:

1. No procedimento de Preparação das amostras, PAFQ.044.3, verificou-se um lapso no parágrafo 6.6.1.4 Produtos da pesca em conserva – separação do líquido de cobertura, o qual refere a utilização de um peneiro de 2 mm em vez de 2,8 mm. Sendo que na preparação da amostra nº 2016/007614 (atum em conserva) foi evidenciada a utilização de um peneiro de 2,8 mm. Procedeu-se à atualização do procedimento PAFQ.044.3.
2. Ainda na preparação da amostra, evidenciou-se que a manutenção do frigorífico 20B (4) apesar de estar a ser efetuada, não estava a ser registada no impresso IQ.35.1.

Quanto aos reagentes constatou-se:

3. Ausência dos registos das soluções de aldeído fórmico e de hidróxido de potássio no IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC.
4. Para a preparação da solução de ácido pícrico foi utilizado o reagente ácido pícrico (lote STBD7905V) que apesar de não ter sido evidenciado o seu certificado de lote, foi utilizado fora da data de validade (2016-01).
5. No caso do cloridrato de trimetilamina, constatou-se que o seu certificado de lote não define data de validade, pelo que a analista considerou 5 anos após abertura, no entanto esta validade não se encontra definida em nenhum procedimento.

Quanto à validação do método contactou-se:

6. Esta apresenta o estudo de uma repetibilidade que não é a que está definida na Norma, uma vez que o laboratório a considera exageradamente elevada, 50 mg/100 g.
7. Não evidência do teste de homogeneidade de variâncias, já que a analista acrescentou dois novos pontos na reta de calibração (limiares analíticos).

Determinação dos limiares analíticos

Data: 27-07-2017 Método(s): HP 1841-2 Ele./Comp.: Trimetilamina

Pontos	Conc. Referência (mg/l)	Absorvância	Comentário
1	4,95726	0,0769	
2	7,93101	0,1326	
3	9,91452	0,1554	
4	14,87177	0,2447	
5	19,82903	0,3340	
6	24,78619	0,4165	
7	29,74355	0,4920	
8	39,83806	0,6666	
9			
10			

Média x: 18,96151

Declive da reta: 3,014953
Ordenada na origem: 0,0053
Erro padrão: 0,001754642

CÁLCULO DO LIMITE DE DETEÇÃO

CONCENTRAÇÃO OBTIDA ATRAVÉS DA RETA DE CALIBRAÇÃO: 0,72275301 µg/l ml

VALOR DO LIMITE DE DETEÇÃO: 0,06961 mg/100 g Registrar o valor da L.D. 0,06961

CÁLCULO DO LIMITE DE QUANTIFICAÇÃO

CONCENTRAÇÃO OBTIDA ATRAVÉS DA RETA DE CALIBRAÇÃO: 2,220463665 µg/l ml

VALOR DO LIMITE DE QUANTIFICAÇÃO: 0,21094 mg/100 g Registrar o valor da L.Q. 0,21094

DESVIO PADRÃO DO MÉTODO (S_m): 0,222046367

COEFICIENTE DE VARIAÇÃO DO MÉTODO (CV_m): 1,171037285

Observações:

IQ.76.0AT

Figura 8. Evidência da determinação dos limiares analíticos no impresso IQ.76.0AT, relativos à auditoria vertical.

Na auditoria vertical contactou-se:

8. Ausência da validação de 3 impressos, impressos IQ.76.0AT Reta de calibração da trimetilamina, IQ.265.0A Controlo dos parâmetros da reta de calibração –

Trimetilamina – NP 1841-2 e IQ.90.0F Determinação de humidade para o cálculo do teor de azoto de trimetilamina.

9. Na verificação dos cálculos não houve o cumprimento do arredondamento definido (2 casas decimais), os resultados são apresentados no boletim analítico com 3 casas decimais.
10. Não foi cumprido o parágrafo 9.5, no qual se deve efetuar pelo menos dois ensaios sobre a mesma amostra. Neste caso, cumpriu-se com o definido no procedimento PCQ.04 Controlo da qualidade, no qual se realizam em duplicado entre 5 a 10% do total de análises, sendo a escolha aleatória³⁴.


BOLETIM ANALÍTICO Nº 12504/EG.V17				
PRODUTO: CONSERVA DE PEIXE				
REFERÊNCIA: 8 MESES_T 40 °C_ESTUDOS COMPL				
ACONDICIONAMENTO				
DATA DA RECEÇÃO: 2017/02/17	AMOSTRA: 2017.011539			
MARCA:				
Fornecedor:				
DATA EMB. FABRICO:	CAPACIDADE:			
DATA DE VALIDADE:	LOTE: 137P4260			
		CLIENTE:		
		DATA DA COLHEITA:		
		LOCAL:		
		SECÇÃO:		
RESULTADOS ANALÍTICOS				
DETERMINAÇÃO	MÉTODO	DATA DE INÍCIO	RESULTADO	UNIDADE
Det de estabilidade oxidativa (Rancimat) (100°C, 10L/h)	ISO 6886:06 *	2017/02/17	19,6	Horas
Det de azoto de trimetilamina	NP-1841-2:09 *	2017.02.20	4,808	mg/100g
Det de A.B.V.T.	NP-2930-09	2017/02/17	58,58	mg/100g
Det de pH	PAFQ 129.1	2017/02/17	6,03	
Cópia 2017/03/24 Liberal				
Observações/Avaliação da conformidade:				
Colheita da responsabilidade do cliente. * - Método não acreditado. FILETES DE CAVALA EM AZEITE.				
<small>NOTA: O boletim analítico refere-se apenas às amostras analisadas, não podendo ser generalizado a partidas ou lotes, salvo nos casos especificamente mencionados. Este documento é considerado confidencial, não podendo ser reproduzido e não ser na íntegra, nem utilizado para fins publicitários, sem a nossa prévia autorização escrita.</small>				
		Data de emissão: 2017/03/01 O Director Geral Fátima Castro		
IQ.09.0 pág 1 de 1				

Figura 9. Evidência do não cumprimento do arredondamento definido na norma no boletim analítico.

Quanto ao controlo da qualidade:

11. Não foi cumprido o definido no AS-SOP-008 Statistical Process Control Charting Chemistry, em que se o laboratório apresentar menos de cem amostras por ano não é necessário DPCS, mas deve incluir uma amostra de referência que tenha uma quantidade conhecida de analito⁶⁸.

O relatório completo da auditoria encontra-se em Anexo (Anexo 9).

4.2.1.10 PAFQ.211.0 Determinação do resíduo seco solúvel. Método refratométrico.

Resumo do procedimento: Determinação do resíduo seco solúvel da amostra ou da sua diluição aquosa, a uma temperatura de $(20 \pm 1) ^\circ\text{C}$ por refratometria⁶⁹.

Durante a auditoria foram evidenciadas algumas não-conformidades:

1. A analista utilizou o impresso IQ.63.0A BRIX NP 785 para registar os dados deste método tanto na auditoria presencial como na auditoria vertical, ou seja, não foi evidenciada a existência de um impresso para este método.
2. Tendo em conta que a analista não utilizou o impresso associado para este método, não foi evidenciada a utilização do limite de repetibilidade do mesmo, deste modo o valor médio apresentado foi avaliado com base no limite de repetibilidade definido para a NP 785. Houve, assim, a necessidade da criação de um novo impresso adequado a este método.
3. Sendo a gama de trabalho de 1,0 g/100 g a 100,0 g/100 g, não foi evidenciada a verificação diária do refratómetro digital 26 com as soluções de sacarose abaixo de 1,0 g/100 g.

O relatório completo da auditoria encontra-se em Anexo (Anexo 10).

4.2.1.11 PAFQ.069B.2 Determinação de matéria gorda total.

Resumo do procedimento: Hidrólise ácida da amostra, a quente. Arrefecimento, filtração, lavagem e secagem do resíduo, por hidrotec. Extração da matéria gorda pelo éter de

petróleo. Eliminação do solvente por evaporação, seguido de secagem e pesagem do extrato, por diferença de massas⁷⁰.

Observou-se que o procedimento não foi totalmente seguido pela analista. As seguintes não conformidades foram detetadas:

1. A metodologia de preparação da amostra (tiras de milho) descrita pela analista da sala de preparação de amostras não se encontra definida no PAFQ.044.3 Métodos de preparação de amostras para análise.
2. O impresso IQ.23.1A utilizado pela analista na auditoria presencial não está adaptado para o registo dos ensaios em branco, como definido no parágrafo 6.4.2.3 Método MG total.

Devido às não conformidades 1 e 2 foi necessária a atualização tanto do PAFQ.044.3 como do IQ.23.1A.

3. Ausência de verificação e manutenção da estufa 12C.
4. Ausência do certificado de lote da celite (lote A0369745).
5. A validação do método, apesar de estar dentro da validade, não apresenta o estudo da incerteza para teores de matéria gorda inferiores a 10 g/100 g.
6. Na auditoria vertical, a analista efetuou toda a rastreabilidade na folha de excel utilizada na validação do próprio método, sendo esta uma folha não controlada.
7. Quanto à utilização de DPCS não foi cumprido o definido no AS-SOP-008 Statistical Process Control Charting Chemistry, em que se o laboratório apresentar menos de cem amostras por ano não é necessário DPCS, mas deve incluir uma amostra de referência que tenha uma quantidade conhecida de analito⁶⁸. A analista utiliza a carta de controlo e os limites do DPCS referente ao método A. Evidenciando-se a necessidade de preparação de um DPCS para o método em questão.

O relatório completo da auditoria encontra-se em Anexo (Anexo 11).

4.2.1.12 PAFQ.996.1 Cálculo de hidratos de carbono e energia.

Resumo do procedimento: Determinação, por cálculo, do valor da energia e dos hidratos de carbono partindo dos valores de cinza, fibra alimentar, humidade, matéria gorda e proteína obtidos de acordo com normas específicas⁷¹.

De acordo com o procedimento PAFQ.996 os resultados dos hidratos de carbono e energia devem ser apresentados com uma casa decimal, mas constatou-se que no sistema informático encontra-se definido que para resultados de energia superiores ou iguais a 151 kcal e resultados de energia expressos em kJ, estes são apresentados às unidades.

O relatório completo da auditoria encontra-se em Anexo (Anexo 12).

4.2.1.13 ISO 3961:2013 Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value.

Resumo do procedimento: Dissolução da amostra em solvente (mistura de ciclohexano e ácido acético glacial) e adição de reagente Wijs. Após um tempo específico, adição de iodeto de potássio e água, e titulação do iodo libertado com solução de tiosulfato de sódio⁷².

A auditoria a este método foi efetuada às duas analistas que o realizam, a analista principal e a analista substituta, devido à falha em ECI. Esta auditoria serviu, então, como forma de perceber possíveis falhas na execução do método que justificassem a falha nos ECI's.

Observou-se que ambas as analistas realizaram o método de igual forma, sendo que o procedimento não foi seguido na íntegra.

1. Não foi evidenciada a pesagem da amostra para “glass weighing scoops”. A norma define no ponto 6.2 o uso de matrizes com rolhas de vidro e sem evidência da presença de humidade, e apesar de aparentemente o balão não apresentar sinal de humidade, seria prudente as analistas secarem o balão na estufa e mantê-lo em exsiccador até iniciar a pesagem.

2. Ainda, apesar de não ser definido na norma, o laboratório deverá definir um critério de aceitação para o ensaio em branco, uma vez que se observaram grandes discrepâncias nos valores obtidos.
3. Constatou-se a falta da verificação diária da balança 2A no dia 2017-04-24.
4. Não foi evidenciado o certificado de lote de uma proveta de 500 ml (lote 0562).
5. Não foi evidenciado o estudo da precisão intermédia e da incerteza para este método.

Ambos os relatórios completos das auditorias encontram-se em Anexo (Anexo 13).

4.2.1.14 NP 1152:1975 Especiarias. Determinação da cinza total.

Resumo do procedimento: Destruição da matéria orgânica por aquecimento, até massa constante, da toma para análise à temperatura de $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}^{73}$.

Durante a auditoria foram evidenciadas as seguintes não conformidades:

1. Ausência de validação do impresso IQ.90.2A Determinação de cinza.
2. Não evidência do estudo do limite de repetibilidade para este método, não sendo este definido pela norma. A precisão intermédia foi atualizada em 2005 e a incerteza em 2007, já tendo sido evidenciada revalidação do método em 2017, mas o laboratório ainda não procedeu ao tratamento estatístico dos resultados e consequentemente à emissão do relatório de validação (VM).

O relatório completo da auditoria encontra-se em Anexo (Anexo 14).

4.2.1.15 NP EN ISO 5983-2:2009 Alimentos para animais. Determinação do teor de azoto e cálculo do teor de proteína bruta. Parte 2: Método de mineralização em bloco e destilação pelo vapor.

Resumo do procedimento: Digestão da amostra num bloco digestor. É usado o ácido sulfúrico concentrado para converter o azoto proteico em sulfato de amónio, a um ponto de

ebulição elevado, pela adição de sulfato de potássio. Usa-se um catalisador de cobre para aumentar a velocidade da reação. Adiciona-se um excesso de hidróxido de sódio ao digerido frio, de forma a libertar amónia.

Destilação da amónia livre usando um sistema com arrastamento de vapor numa solução de ácido bórico e, simultânea, titulação da amónia com uma solução de ácido clorídrico.

O teor de azoto é calculado a partir da quantidade de amónia produzida e o teor de proteína bruta é obtido multiplicando o resultado pelo fator convencional de 6,25⁷⁴.

Durante a auditoria foram evidenciadas as seguintes não conformidades:

1. Preenchimento incorreto do impresso IQ.112.5 Carta de Controlo do digestor de proteínas 118-A, não sendo evidenciado o preenchimento do campo “Procedimento”, tal como já observado na auditoria da norma EN ISO 8968-1, na qual a não conformidade foi registada.
2. Falhas na última verificação da hotte 44C em 2016-11-23 e não foi evidenciada a verificação do anemómetro 131, sendo não conformidades já detetadas e registadas anteriormente.
3. Ausência de validação do impresso IQ.227.5 Verificação diária dos dispensadores.
4. Quantos aos reagentes, não foram evidenciados os certificados de lote das pastilhas de catalisador Kjelhabs (lote 131660) e do hidróxido de sódio (lote 03017), nem os pedidos no impresso IQ.139.0 Pedido de certificados de lotes em falta.
5. Na verificação dos cálculos foi detetado um erro na fórmula definida no LIMS, que arredonda o valor 1,4007 para 1,4, o que levou a um valor final apresentado no boletim analítico de 58,64 g/100 g diferente do real, 58,67 g/100 g. A fórmula no LIMS foi instantaneamente alterada para ficar de acordo com o definido na norma, tal como já observado na auditoria da norma EN ISO 8968-1.

O relatório completo da auditoria encontra-se em Anexo (Anexo 15).

PRODUTO		RACÃO	
REFERÊNCIA		BROODFEED	
ACONDIIONAMENTO		Saco plástico	
DATA DA RECEÇÃO	ASSISTENTE	2017/04/10 2017.025624	
MARCA			
Fornecedor			
DATA DE FABRICO	CAPACIDADE		
DATA DE VALIDADE	LOTE	OBS	

RESULTADOS ANALÍTICOS				
DETERMINAÇÃO	MÉTODO	DATA DE INÍCIO	RESULTADO	UNIDADE
Det de humidade	NP-0875:94	2017/04/11	9,7	g/100g
Det de proteína bruta (F: 6.25)	NPENISO5983-2:00	2017/04/11	58,64	g/100g
Det de matéria gorda	NP ISO 6492:14	2017/04/11	18,9	g/100g
Det de cinza total	NP ISO 5984:14	2017/04/11	7,9	g/100g
Det de celulose bruta	EN ISO 6865:00	2017/04/11	1,2	g/100g
Det de cálcio	NP-1786:85	2017/04/11	1,4	g/100g
Det de sódio, AA	NP EN ISO 6869 *	2017/04/11	8,2	g/kg
Det de fósforo total, exp em P	NP-0874:00	2017/04/11	0,89	g/100g
C. de enterobactérias presuntivas a 37°C	NF V 08-054:09	2017/04/11	<1 x 10 ¹	UFC/g
Contagem de Escherichia coli	ISO 16649-2:01	2017/04/11	<1 x 10 ¹	UFC/g
Contagem de Estafilococos coag. pos	ISO 6888-2:99	2017/04/11	<1 x 10 ¹	UFC/g
Contagem de bolores	NF V 08-059:02	2017/04/11	<1 x 10 ¹	UFC/g
Contagem de leveduras	NF V 08-059:02	2017/04/11	<1 x 10 ¹	UFC/g
Pesquisa de Salmonella spp	PAM 55.4	2017/04/11	Neg.25	g

Handwritten notes: 6099, 2017.05.18, bilianee

Observações/Avaliação da conformidade:
 Colheita da responsabilidade do cliente. * - Método não acreditado. LOTE: 17.FA.CE.0304.BF

NOTA: O boletim analítico refere-se apenas às amostras analisadas, não podendo ser generalizado a partidas ou lotes, salvo nos casos especificamente mencionados. Este documento é considerado confidencial, não podendo ser reproduzido a não ser na íntegra, nem utilizado para fins publicitários, sem a nossa prévia autorização escrita.

IPAC
 Data de emissão: 2017/04/26
 O Diretor Geral
 Fátima Castro

IQ.09.0
 pág 1 de 1

Figura 10. Evidência do erro gerado pelo arredondamento de um valor na fórmula definida no LIMS.

4.2.1.16 NP 3294:2005 Gelados alimentares e misturas embaladas para congelar. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Rose Göttlieb – Método de referência.

Resumo do procedimento: Extração da matéria gorda por solventes apropriados, evaporação dos solventes e pesagem do resíduo obtido, por diferença de massas⁷⁵.

Durante a auditoria foram evidenciadas as seguintes não conformidades:

1. Falhas na última verificação da hotte 44C em 2016-11-23 e não foi evidenciada a verificação do anemómetro 131, sendo não conformidades já detetadas e registadas anteriormente.
2. O método necessita de revalidação, uma vez que a precisão intermédia foi atualizada em 2006 e a incerteza em 2007, ultrapassando os 5 anos definidos.
3. Na carta de valores relativos ao DPCS, o valor obtido do RSD, 1,84% encontra-se superior ao definido no SOP.08 (> 1%), pelo que esta não conformidade já se encontra devidamente registada.

O relatório completo da auditoria encontra-se em Anexo (Anexo 16).

4.2.2 Auditorias no laboratório de métodos instrumentais de análise

4.2.2.1 EN 12822:2014 Foodstuffs – Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography – Measurement of α -, β -, γ - and δ - tocopherol.

Resumo do procedimento: Determinação dos α -, β -, γ - e δ - tocoferol numa solução por separação por HPLC e subsequente fotometria (UV) ou, preferencialmente, deteção fluorimétrica. Na maioria dos casos é necessária uma saponificação seguida de extração. Identificação com base nos tempos de retenção e determinação quantitativa pelo método de padrão externo com base nas áreas dos picos. Também pode ser usado o método de padrão interno se os testes de recuperação correspondentes provarem ter o mesmo comportamento do padrão interno durante a análise como o analito⁷⁶.

Durante a auditoria foram evidenciadas algumas não-conformidades, apesar de a analista ter cumprido com o descrito na norma EN 12822.

1. A analista possui a cópia controlada da norma com a data de 2015-11-18, no entanto esta cópia não se encontra registada no impresso IQ.11.6 Fotocópias de documentos e/ou registos originais.
2. Ausência de validação do impresso IQ.76.1K Reta de calibração da vitamina E.

Quanto aos equipamentos constatou-se:

3. Ausência do registo da manta elétrica 29L no impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamento.
4. Não foi feita a verificação diária da temperatura do banho do evaporador rotativo 30C nos dias 2017-06-21 e 2017-06-22, nem a manutenção mensal no mês de Junho, tendo a última manutenção sido realizada em 2017-04-17.
5. Não foi feita a verificação diária da micropipeta 82AG no dia 2017-06-21.
6. Ausência da verificação semanal do espectrofotómetro 78C, tendo a última verificação sido realizada em 2017-06-07.
7. Em relação ao equipamento agitador 189, a sua utilização e manutenção não estão definidas no procedimento relativo, PEQ.01.0 Agitadores, placas e mantas.
8. Falhas na última verificação da hotte 44F em 2016-11-23 e não foi evidenciada a verificação do anemómetro 131, sendo não conformidades já detetadas e registadas anteriormente.

Quanto ao material de vidro constatou-se:

9. Uso de provetas graduadas de material de vidro classe B, onde não são identificados lotes, o que não cumpre o definido no PEQ.07 Material de vidro, devendo ser utilizado sempre material volumétrico de vidro de classe A e AS⁵⁸.

Quanto aos reagentes constatou-se:

10. Não evidência do registo dos reagentes 2-propanol (lote: 17B134018) e 2-2 Trimetilpentano (lote: 16K254001) no IQ.197.1 Controlo dos reagentes. E não evidência do registo da coluna de HPLC (lote: E128930) no IQ.198.0 Controlo dos consumíveis.
11. Não evidência do registo do código do reagente α -tocoferol (F119), pelo que não foi possível rastrear o registo no IQ.197.1 Controlo dos reagentes, nem o certificado de lote.

Quanto ao controlo da qualidade constatou-se:

12. Na carta de valores relativos ao DPCS, o valor obtido do RSD, 13,75% encontra-se superior ao definido no SOP.08 (> 10%), pelo que esta não conformidade já se encontra devidamente registada.

O relatório completo da auditoria encontra-se em Anexo (Anexo 17).

5 Conclusões

Uma empresa de forma a transmitir confiança aos seus clientes necessita de obter acreditação dos seus serviços. Um pré-requisito da obtenção da mesma é a evidência de um SGQ documentado. Este requisito permite o estabelecimento de estruturas organizacionais robustas, com um suporte documental amplo e organizado, de forma a que esta funcione corretamente e tire o proveito máximo das suas capacidades. Deste modo, existe um compromisso por parte da gestão de topo e uma necessidade de formação contínua dos colaboradores, uma vez que a organização necessita de rever o sistema pelo menos uma vez por ano, passar por constantes auditorias internas e validar os métodos que realiza.

Um laboratório acreditado tem o reconhecimento da sua aptidão técnica, por parte de entidades regulamentadoras, para a realização de ensaios de áreas específicas. Ao obter a acreditação segundo a norma NP EN ISO/IEC 17025 o laboratório garante uma qualidade controlada, sistematizada, verificada e validada, através da comprovação da sua competência e fiabilidade aos clientes e às entidades regulamentadoras.

As auditorias internas são um dos requisitos da norma NP EN ISO/IEC 17025. A sua realização tem como objetivo obter evidências que confirmem a eficácia e conformidade do que está a ser feito e detetar e corrigir discrepâncias que possam existir no sistema, ou mesmo melhorar alguns parâmetros para aumentar o desempenho e a qualidade dos resultados produzidos. Adicionalmente permitem melhorar certos critérios para que o rigor e a qualidade dos resultados obtidos se mantenham.

No relatório da auditoria estão incluídas todas as constatações e evidências reunidas no decorrer da auditoria. Após a auditoria é feita uma análise de todas as discrepâncias encontradas e de todas as oportunidades sugeridas e são tomadas as medidas e ações corretivas mais apropriadas. Todas as ações corretivas implementadas necessitam de ser posteriormente avaliadas de forma a verificar a sua eficácia.

Com a realização das auditorias técnicas detetaram-se não conformidades, tanto a nível da técnica experimental como no que diz respeito ao controlo da qualidade. Com base nestas constatações foram postas em prática as medidas de correção adequadas para prevenir falhas futuras e evitar que as mesmas ocorram de novo.

Depois de uma análise feita quanto às não conformidades detetas e registadas verificou-se que o maior número reside no campo da auditoria presencial. Durante a realização das

auditorias, no geral, houve mais falhas quanto à validação de impressos associados aos métodos de ensaio e aos equipamentos, material de vidro e reagentes utilizados nos mesmos, no que diz respeito à realização de verificação e manutenção dos equipamentos ou à evidência da existência de certificados de lote do material de vidro e principalmente dos reagentes. Verificou-se, também, que, raras exceções, as analistas seguem as normas de ensaio ou procedimentos internos. Quanto à qualificação e descrição de funções das analistas não foi detetada nenhuma não conformidade. Na validação dos métodos de ensaio foi evidenciado que a maioria das não conformidades são relativas, não à falta de validação, mas sim à necessidade de revalidação. Nas auditorias verticais houve pequenos erros de transcrição de dados e de arredondamentos. Por fim, quanto à avaliação da qualidade dos resultados obtidos, foram evidenciadas muito poucas não conformidades, geralmente associadas ao uso do DPCS e não à participação em ECI's.

As não conformidades detetadas foram tratadas pelo laboratório e criaram-se algumas oportunidades de melhoria, assegurando a melhoria contínua do SGQ implementado. As ações corretivas foram implementadas de modo a garantir a qualidade dos resultados.

Assim, a realização de auditorias periódicas é um dos fatores essenciais que permite à Silliker obter a excelência no trabalho que desenvolve. Esta é uma ferramenta de garantia da melhoria contínua, da evolução e da verificação da eliminação das causas das não conformidades detetadas. E a sua periodicidade é importante na medida em que permite detetar e controlar erros que não sendo detetados a tempo podem afetar a qualidade dos resultados gerados.

6 Referências

- ¹ Mérieux NutriSciences. Visão, Missão, Valores. Acedido a 8 de Fevereiro de 2017, em: <http://www.merieuxnutrisciences.pt/pt/por/grupo/visao-missao-valores>.
- ² Mérieux NutriSciences. História. Acedido a 7 de Fevereiro de 2017, em: <http://www.merieuxnutrisciences.pt/pt/por/grupo/historia>.
- ³ Mérieux NutriSciences. Silliker Portugal. Acedido a 7 de Fevereiro de 2017, em: <http://www.merieuxnutrisciences.pt/pt/por/silliker/sobre-a-silliker/silliker-portugal>.
- ⁴ MQ. (2016). Manual da Qualidade. Silliker Portugal.
- ⁵ CA L0087. (2008). Certificado de Acreditação L0087. Instituto Português de Acreditação (IPAC). Portugal.
- ⁶ Mérieux NutriSciences. (2016, 7 de Abril). Dia Mundial da Saúde: Do campo ao prato, criando alimentos seguros. Acedido a 22 de Abril de 2017, em: <http://www.merieuxnutrisciences.pt/pt/por/noticias-e-eventos/noticias/dia-mundial-dasaude-do-campo-ao-prato-criando-alimentos-seguros/610>.
- ⁷ Machado, J. e Almeida, M. (2013). Análise do processo de implantação do sistema de gestão da qualidade em um laboratório de ensaios conforme a NBR ISO/IEC 17025:2005 e sua importância na prestação de serviços a órgãos públicos. Iniciação científica. V. 11. No 1.
- ⁸ SGS. (2016). Global excellence local expertise. Solutions for food safety, quality and sustainability. Acedido a 18 de Abril de 2017, em: <http://www.sgs.pt/pt-PT/Agriculture-Food.aspx>.
- ⁹ Codex Alimentarius. (2003). General Principles of Food Hygiene. CAC/RCP 1-1969. Rev. 4. Acedido em 18 de Abril de 2017, em: <http://www.codexalimentarius.net>.
- ¹⁰ Cinco Chaves Para Uma Alimentação Mais Segura. (2006). Direcção-Geral Da Organização Mundial De Saúde, Instituto Nacional De Saúde Dr. Ricardo Jorge. Portugal.
- ¹¹ CUF. Intoxicação Alimentar. Acedido a 18 de Abril de 2017, em: <https://www.saudecuf.pt/mais-saude/doencas-a-z/intoxicacao-alimentar>.

- ¹² Mead, P. S., et al. (1999). Food-Related Illness and Death in the United States Emerging Infectious Diseases. Vol. 5. No. 5.
- ¹³ SGS. (2016). Deliver best-in-class food. Products audit, certification and training solutions. Acedido a 18 de Abril de 2017, em: <http://www.sgs.pt/pt-PT/Agriculture-Food.aspx>.
- ¹⁴ IAF/ILAC. (2013). Accreditation: Supporting safe food and clean drinking water.
- ¹⁵ Wallin, H. C. (1996). Why Do Food Analysts Need Quality Assurance?. Accreditation and Quality Assurance: Journal for Quality, Comparability and Reliability in Chemical Measurement. Vol.1. pp 163–170.
- ¹⁶ Pires, A. R. (2016). Sistemas de gestão da qualidade. Ambiente, segurança, responsabilidade social, indústria e serviços. 2ª Edição. Edições Silabo. Lisboa.
- ¹⁷ Morais, M. G. (2004). Como emerge a auditoria interna nas pequenas e médias empresas, em Portugal. Lisboa.
- ¹⁸ Almeida, J. A. S e Pires, A. C. (2006). Acreditação: Vantagens e dificuldades na implementação de um sistema da qualidade num laboratório de ensaio e/ou calibração. Química, 101, pp 34-39.
- ¹⁹ Mérieux NutriSciences. Acedido a 22 de Abril de 2017, em: <http://www.merieuxnutrisciences.pt/pt/por/servicos/seguranca-e-qualidade-alimentar>.
- ²⁰ Portal QAS. A Acreditação de Laboratórios. ISO/IEC 17025. Acedido a 15 de Março de 2017, em: <https://www.portalqas.pt/acreditacao-de-laboratorios-np-en-isoiec-17025.html>.
- ²¹ IPAC. A Acreditação. Acedido a 15 de Março de 2017, em: <http://www.ipac.pt/ipac/funcacao.asp>.
- ²² ILAC. (2015). The advantages of being Accredited. Acedido a 4 de Abril de 2017, em: <http://ilac.org/about-ilac/>.
- ²³ IAF. Acedido a 4 de Abril de 2017, em: http://www.iaf.nu//articles/Portugese_Landing_Page/140.
- ²⁴ NP EN ISO/IEC 17025. (2005). Requisitos gerais de competência para laboratórios de ensaio e calibração.
- ²⁵ Barradas, J. e Sampaio, P. (2013). Certificação e Acreditação: duas perspetivas num laboratório de metrologia. Techniques, methodologies and quality. No 4.

- ²⁶ Karnes, C. L., Kanet, J. J. (1994). How the Apparel Industry Measures Up to Quality Standards. Quality Progress. Volume 27, No 2: 25-29.
- ²⁷ VIM. (2012). Vocabulário Internacional de Metrologia. Instituto Português da Qualidade (IPQ). ISBN 978-972-763-00-6.
- ²⁸ OGC002. (2011). Guia para a Acreditação de Laboratórios Químicos. Instituto Português de Acreditação (IPAC). Portugal.
- ²⁹ OGC001. (2010). Guia para a Aplicação da NP EN ISO/IEC 17025. Instituto Português de Acreditação (IPAC). Portugal.
- ³⁰ Guia Relacre 13. (2000). Validação de Métodos Internos de Ensaio em Análise Química. Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal (RELACRE). ISBN 972-8574-02-9.
- ³¹ Mérieux NutriSciences. Garantia da qualidade dos serviços analíticos. Acedido a 8 de Fevereiro de 2017, em: <http://www.merieuxnutrisciences.pt/pt/por/silliker/sobre-a-silliker/sobre-a-silliker/garantia-da-qualidade-dos-servicos-analiticos>.
- ³² PCQ.34. (2017). Procedimento de Controlo da Qualidade. Validação de métodos em análise química. Silliker Portugal.
- ³³ Guia Relacre 3. (1996). Validação de Resultados em Laboratórios Químicos. Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal (RELACRE). ISBN 972-96727-2-5.
- ³⁴ PCQ.04. (2013). Procedimento de Controlo da Qualidade. Controlo da Qualidade. Silliker Portugal.
- ³⁵ ISO/IEC 17043. (2010). Conformity assessment. General requirements for proficiency testing.
- ³⁶ Guia Relacre 7. (1996). Ensaio Interlaboratoriais em Química. Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal (RELACRE). ISBN 972-96727-6-8.
- ³⁷ Guia Relacre 9. (1998). Alguns exemplos de cartas de controlo em laboratórios de análise química. Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal (RELACRE). ISBN 972-96727-8-4.
- ³⁸ ISO. Acedido a 23 de Fevereiro de 2017, em: <https://www.iso.org/about-us.html>.
- ³⁹ CEN/CENELEC. Acedido a 23 de Fevereiro de 2017, em: <https://www.cencenelec.eu/aboutus/Pages/default.aspx>.

- ⁴⁰ IEC. Acedido a 23 de Fevereiro de 2017, em: <http://www.iec.ch/about/?ref=menu.~>
- ⁴¹ Instituto Português da Qualidade. Sistema Português da Qualidade. Acedido a 5 de Abril de 2017, em: <http://www1.ipq.pt/PT/SPQ/Pages/SPQ.aspx>.
- ⁴² Decreto-Lei n.º 71/2012 de 21 de março. Diário da República n.º 58 - série I. Ministério da Economia e do Emprego. Lisboa.
- ⁴³ TQT. Gestão da qualidade total e certificação de empresas. O sistema português da qualidade. Universidade Católica Portuguesa. Porto.
- ⁴⁴ Instituto Português da Qualidade. Instituto Português da Qualidade. Acedido a 5 de Abril de 2017, em: <http://www1.ipq.pt/PT/IPQ/Pages/IPQ.aspx>.
- ⁴⁵ Instituto Português da Qualidade. A importância da normalização. Acedido a 5 de Abril de 2017, em: http://www1.ipq.pt/pt/normalizacao/a_importancia_da_normalizacao/Pages/A-Importancia-da-Normalizacao.aspx.
- ⁴⁶ Guia Relacre 2. (1995). Auditorias Internas de Laboratórios Químicos. Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal (RELACRE). ISBN 972-96727-1-7.
- ⁴⁷ Cerqueira, E. F. e Reis, J. A. A importância da auditoria interna. São Paulo.
- ⁴⁸ ISO 8402. (1994). Quality management and quality assurance. Vocabulary.
- ⁴⁹ ISO 19011. (2011). Guidelines for auditing management systems.
- ⁵⁰ Pinto, A. e Soares, I. (2011). Sistemas de gestão da qualidade. Guia para a sua implementação. 1ª Edição. Edições Silabo. Lisboa.
- ⁵¹ Ramos, W. A. (1991). Auditorias da Qualidade. Vol. 1. No.2. pp 87-95.
- ⁵² Costa, J. (2009). Auditorias da Qualidade. Gestão e Engenharia da Prevenção. Edição 1.
- ⁵³ PGQ.13. (2012). Procedimento de Gestão da Qualidade. Auditorias Internas. Silliker Portugal.
- ⁵⁴ ISO 9001. (2015). Quality management systems. Requirements.
- ⁵⁵ ISO 9000. (2015). Quality management systems. Fundamentals and vocabular.
- ⁵⁶ PGQ.05. (2016). Procedimento de Gestão da Qualidade. Gestão das não conformidades. Silliker Portugal.

- ⁵⁷ NP 1987. (2002). Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.
- ⁵⁸ PEQ.07. (2016). Procedimento de utilização de equipamento. Material de vidro volumétrico. Silliker Portugal.
- ⁵⁹ NP 475. (1983). Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.
- ⁶⁰ PAFQ.363.0. (2013). Determinação de colagénio. Silliker Portugal.
- ⁶¹ PAFQ.232.1. (2012). Géneros alimentícios e alimentos para animais. Determinação de matéria gorda total pelo método ANKOM. Silliker Portugal.
- ⁶² PGQ.03. (2017). Procedimento de Gestão da Qualidade. Gestão da documentação. Silliker Portugal.
- ⁶³ NP 1614-1. (2009). Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de humidade. Parte 1: Método de referência.
- ⁶⁴ EN ISO 8968-1. (2014). Leites. Determinação do teor de proteína bruta. Técnica de Kjeldhal.
- ⁶⁵ ISO 3960. (2010). Animal and vegetable fats and oils. Determination of peroxide value. Iodometric (visual) endpoint determination.
- ⁶⁶ ISO 660. (2009). Animal and vegetable fats and oils. Determination of acid value and acidity.
- ⁶⁷ NP 1841-2. (2009). Produtos de pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto de trimetilamina (N-TMA). Parte 2: Método espectrofotométrico.
- ⁶⁸ AS-SOP-008. (2016). Statistical Process Control Charting Chemistry. Silliker Portugal
- ⁶⁹ PAFQ.211.0. (2017). Determinação do resíduo seco solúvel. Método refratométrico. Silliker Portugal.
- ⁷⁰ PAFQ.069B.2. (2015). Determinação de matéria gorda total. Silliker Portugal.
- ⁷¹ PAFQ.996.1. (2015). Cálculo de hidratos de carbono e energia. Silliker Portugal.
- ⁷² ISO 3961. (2013). Animal and vegetable fats and oils. Determination of iodine value.
- ⁷³ NP 1152. (1975). Especiarias. Determinação da cinza total.

⁷⁴ NP EN ISO 5983-2. (2009). Alimentos para animais. Determinação do teor de azoto e cálculo do teor de proteína bruta. Parte 2: Método de mineralização em bloco e destilação pelo vapor.

⁷⁵ NP 3294. (2005). Gelados alimentares e misturas embaladas para congelar. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Rose Göttlieb. Método de referência.

⁷⁶ EN 12822. (2014). Foodstuffs. Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography. Measurement of α -, β -, γ - and δ - tocoferol.

7 Anexos

Anexo 1: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.

Tabela 7. Relatório da auditoria técnica ao método NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA – QUÍMICA				Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. NP 1987:2002. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) - Carnes, derivados e produtos cárneos - Normas Portuguesas - e Pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.3 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, 2011-10-04.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2016/080087 (morcela). b) Lista de trabalho n.º 2016/041380. c) Balança 2A; Estufa 14H; Sonda de trabalho 86DK; Cronómetro 59AI; Banho 9C; Sonda de trabalho 86CR; Stepper 77E; Espectrofotómetro 78C; Frigorífico 35H; Sonda de trabalho 191K.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	X			a) Sim. IQ.76.1C Reta de calibração da hidroxiprolina e IQ.164.0 Soluções de calibração L-hidroxiprolina. b) Sim. Impresso IQ.76.1C validado em 2013-04-15 e impresso IQ.164.0 validado em 2013-03-04.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA – QUÍMICA				Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2A; massas 75, 76 e 183; estufa 14H; sonda de trabalho 86DK; sondas de referência 110G e 110H; conta-minutos 59AI; cronómetro de referência 58; banho 9C; sonda de trabalho 86CR; stepper 77E; espectrofotómetro 78C; filtro de Hólmio 81; frigorífico 35H; sonda de trabalho 191K; sonda de referência 102D; moinho granulador de laboratório 121E. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Os equipamentos balança 2A, massas 75,76 e 183, estufa 14H, banho 9C, sondas de referência 110G e 110H, cronómetro de referência 58, stepper 77E e espectrofotómetro 78C têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA). - Os equipamentos 86DK, 86CR e 191K têm a etiqueta de verificação (IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura).

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA – QUÍMICA				Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Temperaturas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>		<p>X</p> <p>(b1)</p> <p>(b3)</p> <p>(b5)</p>		<p>a1) <u>Estufa 14H</u></p> <p>b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo CATIM em 2015-09-02, certificado de calibração n.º LMT20155009050/40A* emitido em 2016-03-01. Apto em 2016-03-03. Próxima calibração a 2016-09 (Nota: Constatou-se que na data da auditoria, o equipamento já tinha sido calibrado (2016-10-05). No entanto o certificado de calibração ainda não foi emitido). VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - os registos encontram-se atualizados (não existe rastreabilidade ao impresso utilizado, ou seja, na folha não consta o código do impresso). MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-09-22. Em falta encontra-se a manutenção relativa ao mês de Outubro (a analista afirmou que não realizou a manutenção devido à falta de disponibilidade do equipamento ou da própria).</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) <u>Sonda 86DK associada ao equipamento 14H</u></p> <p>b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86DK: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16. Apto em 2015-07-24. Próxima calibração a 2016-07; sonda 110H calibrada pelo CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.º LMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA – QUÍMICA				Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>a 2016-06. VERIFICAÇÃO: Data de verificação: Agosto de 2016, próxima verificação a Agosto de 2017. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d2) Sim.</p> <p>a3) Banho 9C</p> <p>b3) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.05.3 Banhos e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo EIA em 2016-05-02, certificado de calibração n.º 3243/16 emitido em 2015-12-14. Apto em 2016-06-15. Próxima calibração a 2017-05. VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento (não existe rastreabilidade ao impresso utilizado, ou seja, na folha não consta o código do impresso). MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-10-13 (o procedimento rastreado no IQ.35 não está correto. A analista escreve que a manutenção é realizada pelo PME.05, quando na realidade esta é realizada pelo PEQ.05).</p> <p>c3) NA. d3) Sim.</p> <p>a4) Sonda 86CR associada ao equipamento 9C</p> <p>b4) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86CR: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16. Apto em 2015-07-24. Próxima calibração a 2016-07; sonda 110H calibrada pelo CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.º</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA – QUÍMICA				Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>LMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. VERIFICAÇÃO: Data de verificação: Maio de 2016, próxima verificação a Maio de 2017. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c4) IQ.259.0 Verificação interna – Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d4) Sim.</p> <p>a5) Frigorífico 35H</p> <p>b5) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.14.1 Frigoríficos e congeladores e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. VERIFICAÇÃO: verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento (constatou-se que este equipamento não foi verificado no dia 2016-11-02). MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-10-10.</p> <p>c5) NA. d5) Sim.</p> <p>a6) Sonda 191K associada ao equipamento 35H</p> <p>b6) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. CALIBRAÇÃO: Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191K: sonda 102D calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/10 emitido em 2015-07-16. Apto em 2015-07-24. Próxima calibração em 2016-07. VERIFICAÇÃO: Data de verificação: Março de 2016, próxima verificação a Março de 2017. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c6) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d6) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA – QUÍMICA				Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Volumes:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>		<p>X (b2) (b3) (b4)</p>		<p>a1) <u>Stepper 77E</u> b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos. CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo Frilabo em 2016-07-12, certificado de calibração n.º 3264/16 emitido em 2016-07-12. Apto em 2016-07-14. Próxima calibração a 2016-10 (este equipamento apenas vai ser calibrado em 2016-11). VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.45.1 Verificação diária das micropipetas. c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) <u>Balão volumétrico</u> b2) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material de vidro volumétrico. Lote F12 (500 ml), lote A14 e G14 (250 ml), lote A15, D12, D14, E14 e G15 (100 ml) – OK Lote A08 (2007 – 250 ml) (este lote não cumpre com a data de validade definida no PEQ.07.0) Lote B15 e D7 (250 ml) e lote 0554 (100 ml) (não foram evidenciados os certificados de lote) c2) NA. d2) Sim.</p> <p>a3) <u>Provetas</u> b3) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material de vidro volumétrico. Lote 0529 (250 ml) – OK Lote 0289 e 444 (100 ml) e lote 443 (50 ml) (não foram evidenciados os certificados de lote) c3) NA. d3) Sim.</p> <p>a4) <u>Pipetas volumétricas</u> b4) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material de vidro volumétrico.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA – QUÍMICA				Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>Lote H14 (50 ml), lote A12 (30 ml), lote J14 (20 ml), lote A16 (10 ml), lote B12 e K12 (5 ml) e lote E15 (4 ml) - OK</p> <p>Lote C04 (2004 – 40 ml) e lote B03 (2003 – 4 ml) (estes lotes não cumprem com a data de validade definida no PEQ.07.0)</p> <p>Lote D15 (5 ml) (não foi evidenciado o certificado de lote)</p> <p>c4) NA. d4) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA – QUÍMICA				Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Massas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>		X (b1)		<p>a1) <u>Balança 2A</u></p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-05-03, certificado de calibração n.º3237/16, emitido pelo EIA em 2016-05-05, apto em 2016-06-15, próxima calibração em 2017-05. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – 2016-11-02/03 (constatou-se que este equipamento não foi verificado no dia 2016-11-02). MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d1) Sim.</p> <p>a2) <u>Massas utilizadas na verificação da balança 2A</u></p> <p>b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO:</p> <p>Massa de 1 g (183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7305/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 10 g (76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7309/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 100 g (75): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7306/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>c2) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d2) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA – QUÍMICA				Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>		X (b3)		<p>a1) <u>Conta-minutos 59AI</u></p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. CALIBRAÇÃO: Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro nº 58. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.54.0B Boletim de verificação interna - Conta minutos, verificação realizada em 2016-02-02. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) <u>Cronómetro de referência n.º 58</u></p> <p>b2) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo CATIM em 2015-06-16, certificado de calibração n.º LMGE20155006296/10 emitido em 2015-06-16. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06 (equipamento já calibrado no dia 2016-07-20). MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c2) Sim. d2) Sim.</p> <p>a3) <u>Espectrofotómetro 78C</u></p> <p>b3) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.50.1 Espectrofotómetro UV/Vis. CALIBRAÇÃO: calibrado pelo SOQUILAB em 2016-09-22, certificado de calibração n.º 16.09.0904 emitido em 2016-09-22. Apto em 2016-09-28. Próxima calibração a 2017-09. VERIFICAÇÃO: última verificação semanal realizada em 2016-10-13 (não cumpre com a periodicidade definida no PEQ.50.1). Última verificação mensal realizada no dia 2016-10-13 – verificado o impresso IQ.165.4 Análise de verificação do espectrofotómetro com o filtro de hólmió. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c3) IQ.165.4 Análise de verificação do es-</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA – QUÍMICA				Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>pectrofotómetro com o filtro de hólmio, validado em 2015-09-17. d3) Sim.</p> <p>a4) <u>Moinho granulador de laboratório 121E</u></p> <p>b4) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.16.1 Homogeneizadores e verificação realizada de acordo com o PAFQ.044.3 Métodos de preparação das amostras para análise.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c4) IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras, validado em 2015-02-12. d4) Sim.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis?</p> <p>b) Existem os certificados de lote?</p>		<p>X</p> <p>(a1)</p> <p>(a2)</p> <p>(b6)</p> <p>(a11)</p> <p>)</p>		<p>a1) <u>Solução de ácido sulfúrico</u>: Sim. Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC (não existe rastreabilidade ao impresso utilizado, ou seja, na folha não consta o código do impresso) e verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido sulfúrico (H6) (lote: SZBG1470V).</p> <p>b1) Sim.</p> <p>a2) <u>Solução-tampão</u>: Sim. Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC (não existe rastreabilidade ao impresso utilizado, ou seja, na folha não consta o código do impresso). b2) NA.</p> <p>a3) <u>Ácido cítrico monohidratado</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido cítrico (A9) (lote: 0000478481). b3) Sim.</p> <p>a4) <u>Hidróxido de sódio</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do hidróxido de sódio (B4) (lote: B1089898). b4) Sim.</p> <p>a5) <u>Acetato de sódio anidro</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do acetato de sódio anidro (C60) (lote: AM0804568). b5) Sim.</p> <p>a6) <u>1-propanol</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do 1-propanol (D14) (lote: P1E025271E). b6) Não foi evidenciado</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA – QUÍMICA				Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>certificado de lote e não foi evidenciado o pedido no impresso IQ.139.0 Pedido de certificados de lotes em falta.</p> <p>a7) <u>Reagente cloramina-T</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da cloramina-T (F50) (lote: K48314926). b7) Sim.</p> <p>a8) <u>Ácido perclórico</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido perclórico (H18) (lote: 16D214006). b8) Sim.</p> <p>a9) <u>2-propanol</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do 2-propanol (D15) (lote: 16C040507). b9) Sim.</p> <p>a10) <u>p-dimetilaminobenzaldeído</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do 4-(Dimetilamina)benzaldeído (F38) (lote: N015051558). b10) Sim.</p> <p>a11) <u>Solução padrão de hidroxiprolina</u>: Sim. Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC (não existe rastreabilidade ao impresso utilizado, ou seja, na folha não consta o código do impresso). b11) NA.</p> <p>a12) <u>Hidroxiprolina</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da L-Hidroxiprolina (F37) (lote: K44839306). b12) Sim.</p> <p>a13) <u>Kit para verificação das abs do esp UV/Vis</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes (F245) (lote: HC67827458). b13) Sim.</p>
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	X			a) Repetibilidade definida na norma. b) Precisão intermédia atualizada em 2013. c) Incerteza atualizada em 2013.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2016/073853. b) Lista de trabalho n.º 2016/038710. c) Boletim analítico n.º 80873/EGI/16.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA – QUÍMICA				Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?		X (c)		a) Sim. b) Sim. 2A, 14H, 9C e 78C. c) Sim. Verificado no IQ.76.1C Reta de calibração da hidroxiprolina e na lista de trabalho (apesar da rastreabilidade ser efetuada no impresso IQ.76.1C a analista rastreou, também, os equipamentos na lista de trabalho. No entanto constatou-se que na lista de trabalho é rastreada a balança 2A, enquanto que no impresso IQ.76.1C é rastreada a 2F).
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.		X (a1)		a) Sim. <u>Teor em hidroxiprolina</u> (1) Massa da toma = 4,0207 g Volume da alíquota do hidrolisado retirado = 5 ml Concentração em hidroxiprolina da diluição do hidrolisado = 1,00260 µg/ml (a analista transcreveu para o LIMS 1,002060) Concentração branco = 0,06490 µg/ml Teor em hidroxiprolina = $(6,25 \times (\text{Concentração em hidroxiprolina da diluição do hidrolisado} - \text{Concentração branco})) / (\text{Massa da toma} \times \text{Volume da alíquota do hidrolisado retirado})$ $= (6,25 \times (1,00260 - 0,06490)) / (4,0207 \times 5) = 0,29 \text{ g/100 g}$ (2) Massa da toma = 4,1091 g Volume da alíquota do hidrolisado retirado = 5 ml Concentração em hidroxiprolina da diluição do hidrolisado = 1,00240 µg/ml Concentração branco = 0,06490 µg/ml Teor em hidroxiprolina = $(6,25 \times (\text{Concentração em hidroxiprolina da diluição do hidrolisado} - \text{Concentração branco})) / (\text{Massa da toma} \times \text{Volume da alíquota do hidrolisado retirado})$ $= (6,25 \times (1,00240 - 0,06490)) / (4,1091 \times 5) = 0,29 \text{ g/100 g}$

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA – QUÍMICA				Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>(3) Massa da toma = 4,0607 g Volume da alíquota do hidrolisado retirado = 5 ml Concentração em hidroxiprolina da diluição do hidrolisado = 1,00240 µg/ml Concentração branco = 0,06490 µg/ml Teor em hidroxiprolina = $(6,25 \times (\text{Concentração em hidroxiprolina da diluição do hidrolisado} - \text{Concentração branco})) / (\text{Massa da toma} \times \text{Volume da alíquota do hidrolisado retirado}) = (6,25 \times (1,00240 - 0,06490)) / (4,0607 \times 5) = 0,29 \text{ g/100 g}$ Resultado médio = 0,29 g/100 g b) Os resultados são expressos em g/100 g, com arredondamento a duas casas decimais.</p>
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			<p>a) Pasta de recursos humanos 1A: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2015-09-30) (NOTA: previsão para 2016-11-23) - Certificado de habilitações - OK - CV - OK - Atualizado em 2015-02-27. b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25 Descrição de funções, Ana Neves (2015-04-16). IQ.26 Lista de competências (a analista adquiriu competência para este ensaio em 2015-10-06).</p>
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			<p>a) Sim. b) Sim. Maio de 2016 – ECI LGC (amostra_733) - Amostra n.º 2016/034942. Previsto para 2016-11-21 ECI LGC (amostra_733). c) NA.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA – QUÍMICA				Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. DPCS Turkey Spam Hydroxyproline (barcode PR711-JUN15). b) Sim. c) Sim. RSD < 5% - 3,89% d) Sim. NC287/Q/Abril2016, fechada em 2016-04-21 por Alice Santos; NC1046/Q/Julho2016, fechada em 2016-09-01 por Laura Santos.
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável				

Anexo 2: NP 475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.

Tabela 8. Relatório da auditoria técnica ao método NP 475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 3, 4 e 7 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.
Item	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. NP 475:1983. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) - Laticínios - Normas Portuguesas - Pasta 1 e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.5 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, com a data de 2013-07-04.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2016/080509. b) Lista de trabalho n.º 2016/041463. c) Balança 2F; Estufa 14D; Sonda de trabalho 86CJ; Cronómetro 59AH; Banho 16J; Sonda de trabalho 86CX.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	X			a) Sim. IQ.90.1B Determinação de água, humidade e perda de massa por secagem. b) Sim. Impresso IQ.90.1B validado em 2015-11-19.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 3, 4 e 7 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2F; massas 75, 76, 104 e 183; estufa 14D; sonda de trabalho 86CJ; sondas de referência 110H e 110G; banho 16J; sonda de trabalho 86CX; conta-minutos 59AH; cronómetro de referência 58. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Os equipamentos balança 2F, estufa 14D, massas 75, 76, 104 e 183, banho 16J, sondas de referência 110H e 110G e cronómetro de referência 58 têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA). - Os equipamentos 86CJ e 86CX têm a etiqueta de verificação (IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		X (b1) (b3)		a1) <u>Estufa 14D</u> b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo CATIM em 2015-09-02, certificado de calibração n.º LMT20155009050/30 emitido em 2015-12-11. Apto em 2016-01-05. Próxima calibração a 2016-09 (Nota: Constatou-se que na data da auditoria, o equipamento já tinha sido calibrado (2016-10-05). No entanto o certificado de calibração ainda não foi emitido). VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - os registos encontram-se atualizados. MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-09-22 (em falta encontra-se a manutenção relativa ao mês de Outubro). c1) NA. d1) Sim. a2) <u>Sonda 86CJ associada ao equipamento 14D</u> b2) Calibração, verificação e manutenção re-

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 3, 4 e 7 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>alizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86CJ: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16. Apto em 2015-07-24. Próxima calibração a 2016-07; sonda 110H calibrada pelo CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.º LMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. VERIFICAÇÃO: Data de verificação: Maio de 2016, próxima verificação a Maio de 2017. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d2) Sim.</p> <p>a3) Banho 16J</p> <p>b3) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.05.3 Banhos e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo CATIM em 2015-09-04, certificado de calibração n.º LMT20155009050/180 emitido em 2015-12-14. Apto em 2016-01-05. Próxima calibração a 2016-09 (Nota: Constatou-se que na data da auditoria, o equipamento já tinha sido calibrado (2016-10-04). No entanto o certificado de calibração ainda não foi emitido).</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento (os registos não se encontram atualizados, último registo em 2016-05-17). MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-10-27.</p> <p>c3) NA. d3) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 3, 4 e 7 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>a4) <u>Sonda 86CX associada ao equipamento 16J</u></p> <p>b4) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86CX: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16. Apto em 2015-07-24. Próxima calibração a 2016-07; sonda 110H calibrada pelo CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.º LMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. VERIFICAÇÃO: Data de verificação: Maio de 2016, próxima verificação a Maio de 2017. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c4) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d4) Sim.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Volumes:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>			X	

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 3, 4 e 7 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Massas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	X			<p>a1) Balança 2F</p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-05-02, certificado de calibração n.º3241/16, emitido pelo EIA em 2016-05-05, apto em 2016-06-15, próxima calibração em 2017-05. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário - 2016-11-03/04/07 MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d1) Sim</p> <p>a2) Massas utilizadas na verificação da balança 2F</p> <p>b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO:</p> <p>Massa de 5 mg (104): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7290/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 1 g (183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7305/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 10 g (76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7309/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 100 g (75): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7306/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>c2) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d2) Sim</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 3, 4 e 7 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Conta-minutos 59AH b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. CALIBRAÇÃO: Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro nº 58. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.54.1B Boletim de verificação interna - Conta minutos. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c1) NA. d1) Sim a2) Cronómetro de referência n.º 58 b2) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo CATIM em 2015-06-16, certificado de calibração n.º LMGE20155006296/10 emitido em 2015-06-16. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c2) Sim. d2) Sim
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?	X			a) Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da areia do mar (F36) (lote: TA2052812). b) Sim.
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.		X (b) (c)		a) Repetibilidade definida na norma. b) Precisão intermédia atualizada em 2008. c) Incerteza atualizada em 2007. É necessária revalidação.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 3, 4 e 7 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			<u>Resíduo seco</u> a) Amostra n.º 2016/029935. b) NA. c) Boletim analítico n.º35159/EGI/16. <u>Resíduo seco isento de matéria gorda</u> a) Amostra n.º 2016/062990. b) NA. c) Boletim analítico n.º68046/EGI/16.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) NA. b) Sim. 2F,14D,14H. c) NA.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Sim. <u>Resíduo seco</u> (1) Massa da toma = 5,1411 g Massa da tara = 66,2022 g Massa da tara + resíduo = 66,8289 g Resíduo seco = ((Massa da tara + resíduo) - Massa da tara / Massa toma) *100 = 12,19 g/100 g (2) Massa da toma = 5,4500 g Massa da tara = 72,6522 g Massa da tara + resíduo = 73,3176 g Resíduo seco = ((Massa da tara + resíduo) - Massa da tara / Massa toma) *100 = 12,21 g/100 g Resultado médio = 12,20 g/100 g <u>Resíduo seco isento de matéria gorda</u> Resíduo seco isento de matéria gorda = ((Massa da tara + resíduo) - Massa da tara / Massa toma) *100 - MG

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 3, 4 e 7 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.
Item	C	NC	NA	Comentários
				(1) $12,19 - 3,54 = 8,65$ (2) $12,21 - 3,54 = 8,67$ Resultado médio = $8,66 \text{ g/100 g}$ Ambos os duplicados cumprem com o critério de repetibilidade ($0,05 \text{ g/100 g}$). b) Os resultados são expressos em g/100 g , com arredondamento a uma casa decimal.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1C: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016-09-14) - Certificado de habilitações - OK - CV - OK - Atualizado em 2015-02-24. b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25 Descrição de funções, Elisabete Feiteira (2015-04-16). IQ.26 Lista de competências (a analista adquiriu competência para este ensaio antes de Junho de 2012).
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) Sim. Abril de 2016 - LGC (Milk_28) - Amostra n.º 2016/029935. Em realização ECI Silliker (amostra n.º 2016/072903). c) NA.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 3, 4 e 7 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.
Item	C	NC	NA	Comentários
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. DPCS Milk powder (barcode PR054-NOV15). b) Sim. c) RSD < 5% - 0,12% d) NA.
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável				

Anexo 3: PAFQ.363.0 Determinação de colagénio.

Tabela 9. Relatório da auditoria técnica ao método PAFQ.363.0 Determinação de colagénio.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 9 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.363.0 Determinação de colagénio.
Item	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?			X	
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?			X	
O procedimento é seguido pelos analistas?			X	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.			X	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?			X	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).			X	

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 9 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.363.0 Determinação de colagénio.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e			X	

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 9 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.363.0 Determinação de colagénio.
Item	C	NC	NA	Comentários
manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?				
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?			X	
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.			X	

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 9 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.363.0 Determinação de colagénio.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2016/073853. b) Lista de trabalho n.º 2016/038710. c) Boletim analítico n.º 80873/EGI/16.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) Sim. b) Sim. 2A, 14H, 9C e 78C. c) Sim. Verificado no IQ.76.1C Reta de calibração da hidroxiprolina e na lista de trabalho.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Sim. Colagénio Teor em hidroxiprolina = 0,29 g/100 g Colagénio = Teor em hidroxiprolina x 8 = 0,29 x 8 = 2,32 g/100 g b) Os resultados são expressos em g/100 g, com arredondamento a duas casas decimais.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?			X	

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 9 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.363.0 Determinação de colagénio.
Item	C	NC	NA	Comentários
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?			X	
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?			X	
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável				

Anexo 4: PAFQ.232.1 Géneros alimentícios e alimentos para animais. Determinação de matéria gorda total pelo método ANKOM.

Tabela 10. Relatório da auditoria técnica ao método PAFQ.232.1 Géneros alimentícios e alimentos para animais.
Determinação de matéria gorda total pelo método ANKOM.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 14 e 15 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.232.1 Géneros alimentícios e alimentos para animais. Determinação de matéria gorda total pelo método ANKOM.
Item	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?		X (b)		a) Sim. b) PAFQ.232.1 - Foram constatadas emendas manuscritas de 2012-11-14 e 2016-04-21. Não cumpre com o definido no PGQ.03 Gestão da documentação "A emissão das novas revisões e/ou edições será feita logo que possível, estando definido um prazo máximo de seis meses após a data da emenda". c) Sim. IQ.148.1 (Índice) - PAFQ - Procedimentos relativos às análises físico-químicas - Pasta 4 - e Pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (na capa das cópias dos procedimentos relativos às análises físico-químicas), registada no IQ.11.5 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, com a data de 2016-04-21.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2016/080031 (bolacha). b) Lista de trabalho n.º 2016/041425. c) Balança 2A; Estufa 14B; Sonda de trabalho 86X; Cronómetro 59AG; Equipamento de hidrólise 108-1; Equipamento de secagem 108-3; Equipamento de extração 108-2.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos	X			a) Sim. IQ.238.0 Matéria Gorda ANKOM. b) Sim. Impresso IQ.238.0 validado em 2012-03-15.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 14 e 15 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.232.1 Géneros alimentícios e alimentos para animais. Determinação de matéria gorda total pelo método ANKOM.
Item	C	NC	NA	Comentários
com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?				
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2A; massas 75, 76 e 183; estufa 14B; sonda de trabalho 86X; sonda de referência 110H; conta-minutos 59AG; cronómetro de referência 58; equipamento de hidrólise 108-1; equipamento de secagem 108-3; equipamento de extração 108-2; moinho granulador de laboratório 121E. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Os equipamentos balança 2A, massas 75, 76 e 183, estufa 14B, sonda de referência 110H e cronómetro de referência 58 têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA). - O equipamento 86X e o 59AG têm a etiqueta de verificação (IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.222.0 Verificação interna – Conta-minutos).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Estufa 14B b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. CALIBRAÇÃO: Calibrada pela EIA em 2016-05-02, certificado de calibração n.º 3245/16 emitido em 2016-05-05. Apto em 2016-06-15. Próxima calibração a 2017-05. VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - os registos encontram-se atualizados. MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-09-22. Em falta encontra-se a manutenção relativa ao mês de Outubro (NOTA: a analista afirmou que não realizou a manutenção devido à falta de disponibilidade do equipamento ou da própria) -

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 14 e 15 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.232.1 Géneros alimentícios e alimentos para animais. Determinação de matéria gorda total pelo método ANKOM.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>Não conformidade já detetada e registada em auditoria anterior 1085/Q/DEZ2016.</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) <u>Sonda 86X associada ao equipamento 14B</u></p> <p>b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86X: sonda 110H calibrada pela EIA em 2016-09-02, certificado de calibração n.º 7056/16 emitido em 2016-09-02. Apto em 2016-09-13. Próxima calibração a 2017-09. VERIFICAÇÃO: Data de verificação: Novembro de 2016, próxima verificação a Novembro de 2017. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d2) Sim.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Volumes:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>		X (a) (b)		<p>a) b) <u>Provetas Graduadas</u> (1000 ml e 500 ml)</p> <p>Material de vidro classe B (não são identificados nas provetas os respetivos lotes) - Não cumpre como o definido no PEQ.07 Material volumétrico de vidro: "Medir volumes é uma tarefa do quotidiano do laboratório. São utilizados, maioritariamente: balões volumétricos, provetas, pipetas graduadas ou volumétricas, buretas, sempre de classe A e AS".</p> <p>c) NA. d1) Não (ver alínea b).</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 14 e 15 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.232.1 Géneros alimentícios e alimentos para animais. Determinação de matéria gorda total pelo método ANKOM.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Massas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	X			<p>a1) Balança 2A</p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-05-03, certificado de calibração n.º3237/16, emitido pelo EIA em 2016-05-05, apto em 2016-06-15, próxima calibração em 2017-05. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – 2016-11-14/15. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d1) Sim.</p> <p>a2) Massas utilizadas na verificação da balança 2A</p> <p>b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO:</p> <p>Massa de 1 g (183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7305/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 10 g (76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7309/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 100 g (75): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7306/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>c2) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d2) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 14 e 15 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.232.1 Géneros alimentícios e alimentos para animais. Determinação de matéria gorda total pelo método ANKOM.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>		X (a3)		<p>a1) <u>Conta-minutos 59AG</u></p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. CALIBRAÇÃO: Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro nº 58. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.54.1B Boletim de verificação interna - Conta minutos. Data de verificação: Abril de 2016, próxima verificação a Abril de 2017. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) <u>Cronómetro de referência n.º 58</u></p> <p>b2) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo CATIM em 2015-06-16, certificado de calibração n.º LMGE20155006296/10 emitido em 2015-06-16. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c2) Sim. d2) Sim.</p> <p>a3) <u>ANKOM n.º 108</u></p> <p>Não foi evidenciado nenhum procedimento relativo à utilização, verificação e manutenção, tal como não foi constatada nenhuma operação de verificação e/ou manutenção.</p> <p>a4) <u>Moinho granulador de laboratório 121E</u></p> <p>b4) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.16.1 Homogeneizadores e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PAFQ.044.3 Métodos de preparação das amostras para análise. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c4) IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras, validado em 2015-02-12. d4) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 14 e 15 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.232.1 Géneros alimentícios e alimentos para animais. Determinação de matéria gorda total pelo método ANKOM.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?	X			a1) Ácido clorídrico 37% : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido clorídrico 37% (H7) (lote: 16G064009). b1) Sim. a2) Celite : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da celite (F22) (lote: AO358525). b2) Sim. a3) Éter de petróleo : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do éter de petróleo (D2) (lote: 16F304011). b3) Sim.
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	X			a) b) c) VM emitido em 2012-09-12.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2016/073419. b) Listas de trabalho n.º 2016/038624 e 2016/039546. c) Boletim analítico n.º 81761/EGI/16.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) Sim. b) Sim. 2A, 14B, 108-1, 108-2 e 108-3. c) Sim.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 14 e 15 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.232.1 Géneros alimentícios e alimentos para animais. Determinação de matéria gorda total pelo método ANKOM.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Sim. <u>Matéria Gorda Total</u> (1) M1 = massa da toma = 1,0623 g M2 = massa da toma seca+saco+celite após hidrólise = 1,4321 g M3 = massa da toma seca+saco+celite após extração = 1,3361 g B1 = massa do ensaio em branco após hidrólise = 0,9643 g B2 = massa do ensaio em branco após extração = 0,9640 g Matéria gorda total = $((M2 - (M3 + (B1 - B2))) \times 100)/M1 = ((1,4321 - (1,3361 + (0,9643 - 0,9640))) \times 100)/1,0623 = 9,009 \text{ g/100 g}$ (2) M1 = massa da toma = 1,0323 g M2 = massa da toma seca+saco+celite após hidrólise = 1,4083 g M3 = massa da toma seca+saco+celite após extração = 1,3147 g B1 = massa do ensaio em branco após hidrólise = 0,9643 g B2 = massa do ensaio em branco após extração = 0,9640 g Matéria gorda total = $((M2 - (M3 + (B1 - B2))) \times 100)/M1 = ((1,4083 - (1,3147 + (0,9643 - 0,9640))) \times 100)/1,0323 = 9,038 \text{ g/100 g}$ Resultado médio = 9,0 g/100 g b) Os resultados são expressos em g/100 g, com arredondamento a uma casa decimal uma vez que a gama de concentração é entre 1,1 – 50,0 %.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1D: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2015-10-20) (NOTA: já está agendada nova consulta para Novembro) - Certificado de habilitações – OK - CV - OK - Atualizado em 2015-03-19. b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25 Descrição de funções, Mónica Ferreira

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 14 e 15 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.232.1 Géneros alimentícios e alimentos para animais. Determinação de matéria gorda total pelo método ANKOM.
Item	C	NC	NA	Comentários
				(2015-04-16). IQ.26 Lista de competências (a analista adquiriu competência para este ensaio antes de Junho de 2012).
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) Sim. Abril de 2016 – Bipea - alimentos para animais - Amostra n.º 2016/022673. Maio de 2016 – Bipea - alimentos para animais - Amostra n.º 2016/030045. Setembro de 2016 – Bipea - alimentos para animais - Amostra n.º 2016/063174. c) NA.
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	X			a) DPCS Triscuit (barcode PR1194-NOV15). b) Sim. c) NA. d) NA.
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável				

Anexo 5: NP 1614-1:2009 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de humidade. Parte 1: Método de referência.

Tabela 11. Relatório da auditoria técnica ao método NP 1614-1:2009 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de humidade. Parte 1: Método de referência.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 15 e 16 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1614-1:2009 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de humidade. Parte 1: Método de referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. NP 1614-1:2009. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) - Carnes, derivados e produtos cárneos - Normas Portuguesas - Pasta 1 e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.3 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, com a data de 2009-09-30.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2016/084571. b) NA. c) Balança 2F; Estufa 14D; Sonda de trabalho 86CJ; Conta-minutos 59AH.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	X			a) Sim. IQ.90.1B Determinação de água, humidade e perda de massa por secagem. b) Sim. Impresso IQ.90.1B validado em 2015-11-19. Nota: Constatou-se que na série de trabalho realizada, a analista realizou 5 métodos (PAFQ.019, DL25/05, ISO 662 e ISO 2483). No impresso utilizado, IQ.90.1B a analista registou as duas estufas utilizadas (14H e 14D), no entanto não é rastreável em qual das estufas a analista realizou cada um dos métodos.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 15 e 16 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1614-1:2009 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de humidade. Parte 1: Método de referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2F; massas 75, 76, 104 e 183; estufas 14D e 14H; sondas de trabalho 86CJ e 86DK; sondas de referência 110G e 110H; conta-minutos 59AH; cronómetro de referência 58; moinho granulador de laboratório 121E. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Os equipamentos balança 2F, massas 75, 76, 104 e 183, estufa 14D, sondas de referência 110G e 110H e cronómetro de referência 58 têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA). - Os equipamentos 86CJ, 86DK e 59AH têm etiquetas de verificação (IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.222.0 Verificação interna – Conta-minutos).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Estufa 14H b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo EIA em 2016-10-04, certificado de calibração n.º 7967/16 emitido em 2016-10-05. Apto em 2016-11-04. Próxima calibração a 2017-10. VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - os registos encontram-se atualizados. MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-09-22. Em falta encontra-se a manutenção relativa ao mês de Outubro (NOTA: a analista afirmou que não realizou a manutenção devido à falta de disponibilidade do equipamento ou da própria) - Não conformidade já detetada e registada em auditoria anterior 1085/Q/DEZ2016. c1) NA. d1) Sim. a2) Sonda 86DK associada ao equipamento 14H

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 15 e 16 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1614-1:2009 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de humidade. Parte 1: Método de referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86DK: sonda 110G calibrada pelo EIA em 2016-06-16, certificado de calibração n.º 4768/16 emitido em 2016-06-16. Apto em 2016-06-29. Próxima calibração a 2017-06; sonda 110H calibrada pelo CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.º LMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. (NOTA: Constatou-se na data da auditoria, que o equipamento já tinha sido calibrado a 2016-09-02).</p> <p>VERIFICAÇÃO: Data de verificação: Agosto de 2016, próxima verificação a Agosto de 2017. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d2) Sim.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Volumes:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>			X	

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 15 e 16 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1614-1:2009 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de humidade. Parte 1: Método de referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Massas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	X			<p>a1) <u>Balança 2F</u></p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-05-02, certificado de calibração n.º3241/16, emitido pelo EIA em 2016-05-05, apto em 2016-06-15, próxima calibração em 2017-05. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – 2016-11-15 e 2016-11-16. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d1) Sim.</p> <p>a2) <u>Massas utilizadas na verificação da balança 2F</u></p> <p>b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO:</p> <p>Massa de 5 mg (104): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7290/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 1 g (183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7305/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 10 g (76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7309/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 100 g (75): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7306/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>c2) NA. d2) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 15 e 16 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1614-1:2009 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de humidade. Parte 1: Método de referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	X			<p>a1) <u>Conta-minutos 59AH</u></p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. CALIBRAÇÃO: Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro nº 58. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.54.1B Boletim de verificação interna - Conta minutos. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) <u>Cronómetro de referência n.º 58</u></p> <p>b2) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo CATIM em 2015-06-16, certificado de calibração n.º LMGE20155006296/10 emitido em 2015-06-16. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c2) NA. d2) Sim.</p> <p>a3) <u>Moinho granulador de laboratório 121E</u></p> <p>b3) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.16.1 Homogeneizadores e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PAFQ.044.3 Métodos de preparação das amostras para análise. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c3) IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras, validado em 2015-02-12. d3) Sim.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis?</p>	X			<p>a) Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da areia do mar (F36) (lote: TA2052812).</p> <p>b) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 15 e 16 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1614-1:2009 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de humidade. Parte 1: Método de referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
b) Existem os certificados de lote?				
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.		X (b) (c)		a) NA. b) Não foi evidenciado o estudo da precisão intermédia para este método. c) Incerteza atualizada em 2005. É necessária revalidação.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2016/019623. b) NA. c) Boletim analítico n.º 24853/EGI/16.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) NA. b) Sim. 2F, 14D. c) Sim.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 15 e 16 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1614-1:2009 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de humidade. Parte 1: Método de referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Sim. (1) m_0 = massa da cápsula com areia e vareta = 70,2154 g m_1 = massa da cápsula com areia, vareta e toma para análise antes da secagem = 75,6882 g m_2 = massa da cápsula com areia, vareta e toma para análise depois da secagem = 71,6532 g Teor de humidade (w) = $((m_1 - m_2)/(m_1 - m_0)) \times 100 = ((75,6882 - 71,6532)/(75,6882 - 70,2154)) \times 100 = 73,7283 \text{ g/100 g}$ (2) m_0 = massa da cápsula com areia e vareta = 96,9107 g m_1 = massa da cápsula com areia, vareta e toma para análise antes da secagem = 101,9821 g m_2 = massa da cápsula com areia, vareta e toma para análise depois da secagem = 98,2425 g Teor de humidade (w) = $((m_1 - m_2)/(m_1 - m_0)) \times 100 = ((101,9821 - 98,2425)/(101,9821 - 96,9107)) \times 100 = 73,7390 \text{ g/100 g}$ Resultado médio = $73,73365 \text{ g/100g} \approx 73,7 \text{ g/100 g}$ b) Os resultados são expressos em g/100 g, com arredondamento a uma casa decimal.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1B: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016-09-14) - Certificado de habilitações - OK - CV - OK - Atualizado em 2015-02-24. b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25 Descrição de funções, Elisabete Feiteira (data 2015-04-16). IQ.26 Lista de competências (a analista adquiriu competência para este ensaio antes de Junho de 2012).

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 15 e 16 de novembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1614-1:2009 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de humidade. Parte 1: Método de referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) Sim. Março de 2016 - LGC (Meat_730) - Amostra n.º 2016/019603. Previsto para Novembro de 2016 - LGC (Meat_731). c) NA.
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?			X	
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável				

Anexo 6: EN ISO 8968-1:2014 Leites. Determinação do teor de proteína bruta. Técnica de Kjeldhal.

Tabela 12. Relatório da auditoria técnica ao método EN ISO 8968-1:2014 Leites. Determinação do teor de proteína bruta. Técnica de Kjeldhal.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 13 e 14 de Dezembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN ISO 8968-1:2014 Leites. Determinação do teor de proteína bruta. Técnica de Kjeldhal.
Item	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. ISO 8968-1:2014. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Laticínios – Normas ISO – Pasta 2 e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.6 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, 2016-12-02.
O procedimento é seguido pelos analistas?		X		A analista Fátima Santos não pesou a massa da toma definida na tabela A1.. A analista pesou 1g e não 0,5g como definido. Nota: No pré-tratamento da amostra, na norma, diz para juntar sulfato de potássio e sulfato de cobre, mas juntou-se umas pastilhas que já contêm os dois reagentes.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2016/089917 (leite em pó). b) Lista de trabalho n.º 2016/045532. c) Balança 2G; Dispensador automático 49D; Digestor de proteínas 118-A; Sonda de trabalho 123F; Destilador de proteínas 50; Hotte 44C.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	X			a) Sim. IQ.124.0D Padronização do ácido clorídrico. b) IQ.124.0D validado em 2015-09-03.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 13 e 14 de Dezembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN ISO 8968-1:2014 Leites. Determinação do teor de proteína bruta. Técnica de Kjeldhal.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2G; massas 104,183, 76 e 75; dispensador automático 49D; digestor de proteínas 118-A; sonda de trabalho 123F; destilador de proteínas 50; hotte 44C; anemómetro 131. b) - Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Os equipamentos massas 75, 76, 104 e 183 têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		X (b1) (d1)		a1) <u>Digestor de proteínas 118-A</u> b1) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.75.2 Digestor de proteínas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento e o impresso IQ.281.A Verificação analítica – Digestor – Triptofano, os registos encontram-se atualizados. No impresso IQ.112.5 não é evidenciado o preenchimento do campo "Procedimento" e no campo "Observações/notas" a sonda associada está errada. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK. c1) IQ.281.A Verificação analítica – Digestor – Triptofano, validado em 2014-02-17. d1) Não. O procedimento PEQ.75 não evidencia a verificação ao digestor com o triptofano. a2) <u>Sonda 123E associada ao equipamento 118-A</u> b2) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK c2) NA. d2) Sim.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 13 e 14 de Dezembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN ISO 8968-1:2014 Leites. Determinação do teor de proteína bruta. Técnica de Kjeldhal.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) <u>Dispensador automático 49D</u> b1) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.27.1 Dispensadores. VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.227.4 Verificação diária dos dispensadores. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo e funcional - OK c1) IQ.227.4 Verificação diária dos dispensadores, validado em 2016-02-01. d1) Sim. a2) <u>Provetas</u> b2) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material de vidro volumétrico. Lote D12 (25ml) - OK c2) NA. d2) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) <u>Balança 2G</u> b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-12-05 pelo EIA. À data da auditoria não foi evidenciado o certificado de calibração. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – 2016-12-13. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim. a2) <u>Massas utilizadas na verificação da balança 2G</u> b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. CALIBRAÇÃO: Massa de 5mg (104): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7290/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09. Massa de 1g (183): Calibração efetuada no

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 13 e 14 de Dezembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN ISO 8968-1:2014 Leites. Determinação do teor de proteína bruta. Técnica de Kjeldhal.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7305/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 10g (76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7309/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 100g (75): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7306/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>c2) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d2) Sim.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	X			<p>a1) Hotte 44C</p> <p>b1) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.08.0 Verificação da velocidade do ar - Hottes e CFL - último registo a 2016-11-23.</p> <p>NOTA: Constatou-se que foram obtidos valores fora do limite de aceitação - 0,25 a 0,5 m/s (Ver impresso IQ.08.0 Verificação da velocidade do ar Hottes e CFL) e não há evidências do registo desta NC. - NC já registada 1132/Q/Jan2017. MANUTENÇÃO:</p> <p>Equipamento limpo - OK</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) Anemómetro 131</p> <p>b2) Verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Não foi evidenciada a verificação do anemómetro (verificação efetuada aquando da calibração externa da câmara de fluxo laminar) - NC já detetada e registada NC 1092/Q/Dez2016. MANUTENÇÃO:</p> <p>Equipamento limpo - OK</p> <p>c2) NA. d2) Não.</p> <p>a3) Destilador de proteínas 50</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 13 e 14 de Dezembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN ISO 8968-1:2014 Leites. Determinação do teor de proteína bruta. Técnica de Kjeldhal.
Item	C	NC	NA	Comentários
				b3) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.34.2 Destilador de proteínas. VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.264.A Verificação analítica do destilador - os registos encontram-se atualizados. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK. c3) IQ.264.A Verificação analítica do destilador, validado em 2013-04-08. d3) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?		X (b1) (b5) (b7)		a1) Kjelhabs : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes de Kjelhabs (C6) (lote: 127372). b1) Não foi evidenciado o certificado de lote. a2) Ácido sulfúrico : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido sulfúrico (H6) (lote: SZBG1740V). b1) Sim. a3) Triptofano : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do triptofano (F35) (lote: STBD9746V). b3) Sim. a4) Sacarose : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da sacarose (C94) (lote: SZBD0500V). b4) Sim. a5) Sulfato de Amónio : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do sulfato de amónio (C41) (lote: 334930). b5) Não foi evidenciado o certificado de lote. a6) Hidróxido de Sódio : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do hidróxido de sódio (B2) (lote: 36515) e verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC. b6) Sim. a7) Vermelho de metilo : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do vermelho de metilo (E3) (lote: 239157). b7) Não foi evidenciado o certificado de lote. a8) Verde de bromocresol : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do verde de bromocresol (E10) (lote: 10186406). b8) Sim. a9) Solução indicador : Sim. Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC. b9) NA. a10) Ácido Bórico : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido bórico (A11) (lote: 5K013531) e o IQ.210.2

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 13 e 14 de Dezembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN ISO 8968-1:2014 Leites. Determinação do teor de proteína bruta. Técnica de Kjeldhal.
Item	C	NC	NA	Comentários
				Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC. b10) Sim. a11) <u>Ácido Clorídrico</u> : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido clorídrico (H7) (lote: 16J064012) e o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC. b11) Sim.
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.		X (b) (c)		a) Repetibilidade definida na norma. b) Precisão intermédia atualizada em 2006-07-25. c) Incerteza atualizada em 2005-11-07. É necessária revalidação.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2016/049416. b) Lista de trabalho n.º 2016/025845, 2016/025013 e 2016/025497. c) Boletim analítico n.º 53942/EGI/16.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) Sim. b) NA. c) Sim. (NOTA: o DPCS utilizado para esta amostra não corresponde ao padrão do método uma vez que na série de trabalho só houve 1 amostra para este método).
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de	X			a) Sim. Teor de azoto (1) Vs = volume de Hcl gasto no ensaio Vb = volume de Hcl gasto no branco Vs – Vb = 40,7703 ml

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 13 e 14 de Dezembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN ISO 8968-1:2014 Leites. Determinação do teor de proteína bruta. Técnica de Kjeldhal.
Item	C	NC	NA	Comentários
fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.				<p>Mt = molaridade do Hcl = 0,0988 mol/L m = massa da toma = 1,0765 g $Wn = (1,4007 \times (Vs - Vb) \times Mt) / m = (1,4007 \times 40,7703 \times 0,0988) / 1,0765 = 5,2412 \text{ g/100 g}$ (2) $Vs - Vb = 40,9600 \text{ ml}$ Mt = 0,0988 mol/L m = 1,0825 g $Wn = (1,4007 \times (Vs - Vb) \times Mt) / m = (1,4007 \times 40,9600 \times 0,0988) / 1,0825 = 5,2364 \text{ g/100 g}$ <u>Teor de proteína bruta</u> (1) Teor de proteína bruta = Teor de azoto x 6,38 = 5,2412 x 6,38 = 33,44 g/100 g (2) Teor de proteína bruta = Teor de azoto x 6,38 = 33,41 g/100 g Resultado médio = (33,4389 + 33,4083)/2 = 33,42 g/100 g O valor final apresentado no boletim analítico, 33,40 g/100 g, difere destes cálculos pois a fórmula que se encontra definida no LIMS arredonda o valor 1,4007 para 1,4. A fórmula no LIMS já foi alterada para ficar de acordo com o definido na norma. b) Os resultados são expressos em g/100 g, com arredondamento a duas casas decimais.</p>
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			<p>a) Pasta de recursos humanos 1C: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016-09-14) - Certificado de habilitações - OK - CV - OK - Atualizado em 2015-03-09. b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25 Descrição de funções, Fátima Santos (data 2015-01-15). IQ.26 Lista de competências (a analista adquiriu competência para este ensaio antes de Junho de 2012).</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 13 e 14 de Dezembro de 2016
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN ISO 8968-1:2014 Leites. Determinação do teor de proteína bruta. Técnica de Kjeldhal.
Item	C	NC	NA	Comentários
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) Sim. Janeiro de 2016 – Bipea dietéticos - Amostra n.º 2016/000337. Abril de 2016 – LGC Milk - Amostra n.º 2016/029935. Abril de 2016 – Silliker infant milk - Amostra n.º 2016/027199. c) NA.
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. DPCS Turkey Spam Protein Boric (barcode PR706-JUN15), DPCS Infant Cereal Protein Boric (%) (barcode PR1193-NOV15) e DPCS Milk powder (barcode PR055-NOV15). b) Sim. c) Sim. RSD < 2% - 1,12%, 0,99% e 0,58%, respetivamente. d) NA.
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável				

Anexo 7: ISO 3960:2010 Animal and vegetable fats and oils – Determination of peroxide value – Iodometric (visual) endpoint determination.

Tabela 13. Relatório da auditoria técnica ao método EN ISO 3960:2010 Animal and vegetable fats and oils – Determination of peroxide value – Iodometric (visual) endpoint determination.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 20 de janeiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN ISO 3960:2010 Animal and vegetable fats and oils – Determination of peroxide value – Iodometric (visual) endpoint determination.
Item	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. ISO 3960:2007. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) - Gorduras e óleos comestíveis - Normas ISO - Pasta2 e Pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.6 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, 2016-11-30.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			a) O procedimento PAFQ.044.3 Métodos de preparação das amostras para análise encontra-se de acordo com a preparação da amostra definida na ISO 661:2003 Animal and vegetable fats and oils_Preparation of test sample.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2017/002817 (gordura). b) NA. c) Balança 2G.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?		X (b)		a) Sim. IQ.23.0Q Determinação de índice de peróxidos e IQ.124.1A Padronização do tiosulfato de sódio 0,01N. b) Não foi evidenciada a validação do impresso IQ.23.0Q. Impresso IQ.124.1A validado em 2013-07-08.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 20 de janeiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN ISO 3960:2010 Animal and vegetable fats and oils – Determination of peroxide value – Iodometric (visual) endpoint determination.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2G; massas 104, 75, 76 e 183; conta-minutos 59AI; cronómetro de referência 58; micropipeta 82P. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Os equipamentos balança 2G, massas 104, 75, 76 e 183, cronómetro de referência 58 e micropipeta 82P têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 20 de janeiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN ISO 3960:2010 Animal and vegetable fats and oils – Determination of peroxide value – Iodometric (visual) endpoint determination.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Volumes:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	X			<p>a1) <u>Micropipeta 82P</u></p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo Frilabo em 2016-11-03, certificado de calibração n.º 03750 emitido em 2016-11-03. Apto em 2016-11-08. Próxima calibração a 2017-02.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.45.1 Verificação diária das micropipetas.</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) <u>Balão volumétrico</u></p> <p>b2) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material de vidro volumétrico.</p> <p>Lote C15 (250 ml) – OK</p> <p>c2) NA. d2) Sim.</p> <p>a3) <u>Pipetas volumétricas</u></p> <p>b3) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material de vidro volumétrico.</p> <p>lote D15 (5 ml) - OK</p> <p>c3) NA. d3) Sim.</p> <p>a4) <u>Bureta 10 ml</u></p> <p>b4) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material de vidro volumétrico.</p> <p>Lote: 7576 (14.0543)</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada pela NORMALAB no dia 2015-07-15, com o certificado n.º31792, emitido a 2015-07-15, apto em 2015-07-20, próxima calibração em 2018-07</p> <p>c4) NA. d4) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 20 de janeiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN ISO 3960:2010 Animal and vegetable fats and oils – Determination of peroxide value – Iodometric (visual) endpoint determination.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Massas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	X			<p>a1) Balança 2G</p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-12-05, certificado de calibração n.º10775/16, emitido pelo EIA em 2016-12-05, apto em 2017-01-18, próxima calibração em 2018-05. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – 2017-01-20. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d1) Sim.</p> <p>a2) Massas utilizadas na verificação da balança 2G</p> <p>b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO:</p> <p>Massa de 5 mg (104): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7290/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 1 g (183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7305/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 10 g (76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7309/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 100 g (75): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7306/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>c2) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d2) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 20 de janeiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN ISO 3960:2010 Animal and vegetable fats and oils – Determination of peroxide value – Iodometric (visual) endpoint determination.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) <u>Conta-minutos 59AM</u> b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. CALIBRAÇÃO: Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro nº 58. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.54.1B Boletim de verificação interna - Conta minutos, verificação realizada em 2016-08-30. Próxima verificação 2017-08. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c1) NA. d1) Sim. a2) <u>Cronómetro de referência n.º 58</u> b2) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo EIA em 2016-07-20, certificado de calibração n.º 6056 emitido em 2016-07-20. Apto em 2016-07-29. Próxima calibração a 2017-07. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c2) Sim. d2) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?		X (b7)		a1) <u>Ácido Acético Glacial</u> : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido acético glacial (H3) (lote: 16F174023). b1) Sim. a2) <u>Isooctano</u> : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do isooctano/2-2 trimetilpentano (D4) (lote: 16C070505). b2) Sim. a3) <u>Iodeto de Potássio</u> : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do iodeto de potássio (C37) (lote: 16J174119). b3) Sim. a4) <u>Tiosulfato de sódio</u> : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do tiosulfato de sódio 5H (C34) (lote: 16E174108). b4) Sim. a5) <u>Solução de tiosulfato de sódio 0,01N</u> : Sim. Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC. b5)

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 20 de janeiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN ISO 3960:2010 Animal and vegetable fats and oils – Determination of peroxide value – Iodometric (visual) endpoint determination.
Item	C	NC	NA	Comentários
				NA. a6) Amido : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do amido solúvel (F8) (lote: 16I284112). b6) Sim. a7) Iodato de Potássio : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do iodeto de potássio 99,5% (C31) (lote: SZBC3190V). b7) Sim. Foi constatado que este reagente não cumpre com o definido no ponto 5.10 - Material de referência secundário, rastreável ao NIST. a8) Ácido Clorídrico : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido clorídrico 37% (H7) (lote: 16J064012). b8) Sim.
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	X			VM.056.0 - 2017-02-07 As unidades definidas no parágrafo 6.8 Gama de trabalho e 6.11 Conclusões (limite de quantificação e gama de trabalho) estão erradas. As unidades são meq O ₂ /Kg e não g/100 g.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2016/094263. b) NA. c) Boletim analítico n.º 100856/EGI/16.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS,	X			a) NA. b) Sim. 2G. c) Sim. Verificado no IQ.23.0Q e no IQ.124.1A.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 20 de janeiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN ISO 3960:2010 Animal and vegetable fats and oils – Determination of peroxide value – Iodometric (visual) endpoint determination.
Item	C	NC	NA	Comentários
curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?				
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p> <p>a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)?</p> <p>b) Arredondamento e apresentação dos resultados.</p>	X			<p>a) Sim.</p> <p><u>Concentração standard</u></p> <p>$mKIO_3$ = Massa KIO_3 = 0,2919 g</p> <p>V_1 = Volume de iodeto de potássio usado na titulação = 5 ml</p> <p>V_2 = Volume total da solução de iodeto de potássio = 250 ml</p> <p>V_3 = Volume da solução standard de tiosulfato de sódio 0,01N usado na determinação = 16,35 ml</p> <p>$PKIO_3$ = 100,3%</p> <p>$MKIO_3$ = Massa molar do iodeto de potássio = 214 g/mol</p> <p>$C_{standard} = mKIO_3 \times V_1 \times 6 \times 1000 \times pKIO_3 / MKIO_3 \times V_2 \times V_3 \times 100 = 0,2919 \times 5 \times 6 \times 1000 \times 100,3 / 214 \times 250 \times 16,35 \times 100 = 0,0100 \text{ mol/L}$</p> <p>(1) <u>Valor de Peróxido</u></p> <p>V = Volume da solução standard de tiosulfato de sódio 0,01N usado na determinação = 2,50 ml</p> <p>V_0 = Volume da solução standard de tiosulfato de sódio 0,01N usado no branco = 0,00 ml</p> <p>$C_{standard}$ = Concentração exata da solução standard de tiosulfato de sódio 0,01N = 0,0100 mol/L</p> <p>m = massa da amostra = 5,4363 g</p> <p>$PV = (V - V_0) \times C_{standard} \times 1000 / m = (2,50 - 0,00) \times 0,0100 \times 1000 / 5,4363 = 4,60 \text{ meq O}_2/\text{Kg}$</p> <p>(2) <u>Valor de Peróxido</u></p> <p>$PV = (V - V_0) \times C_{standard} \times 1000 / m = (2,50 - 0,00) \times 0,0100 \times 1000 / 5,4326 = 4,60 \text{ meq O}_2/\text{Kg}$</p> <p>Resultado médio = 4,6 meq O₂/Kg</p> <p>b) Os resultados são expressos em meq O₂/Kg, com arredondamento a uma casa decimal.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 20 de janeiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN ISO 3960:2010 Animal and vegetable fats and oils – Determination of peroxide value – Iodometric (visual) endpoint determination.
Item	C	NC	NA	Comentários
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1B: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2015-10-20) - Certificado de habilitações – OK - CV - OK - Atualizado em 2017-01-23. b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25 Descrição de funções, Isabel Pontes (2015-04-16). IQ.26 Lista de competências (a analista adquiriu competência para este ensaio em 2012-10-18).
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) Sim. Fevereiro de 2016 – Bipea Azeite - Amostra n.º 2016/005740. Junho de 2016 – Bipea Azeite - Amostra n.º 2016/038322. Setembro de 2016 – Bipea Azeite - Amostra n.º 2016/063198. c) Sim. NC233/Q/Março2016, fechada em 2016-03-24 por Liliana Flora.
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. DPCS Olive Oil Peroxide Index/Value (barcode PR064-NOV16). b) Sim. c) Sim. RSD < 15% - 2,19% d) NA.
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável				

Anexo 8: ISO 660:2009 Animal and vegetable fats and oils – Determination of acid value and acidity.

Tabela 14. Relatório da auditoria técnica ao método EN ISO 660:2009 Animal and vegetable fats and oils – Determination of acid value and acidity.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 27 de janeiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN ISO 660:2009 Animal and vegetable fats and oils – Determination of acid value and acidity.
Item	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?		X (c)		a) Sim. b) Sim. ISO 660:2009. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) - Gorduras e óleos comestíveis - Normas ISO – Pasta 2 e Pasta eletrónica de documentação. Constatou-se que a norma se encontra registada no IQ.148 como ISO 660:2009 e não como EN ISO 660:2009.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.6 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, 2016-11-23.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			a) O procedimento PAFQ.044.3 Métodos de preparação das amostras para análise encontra-se de acordo com a preparação da amostra definida na ISO 661:2003 Animal and vegetable fats and oils_Preparation of test sample. b) A massa da toma pesada foi de acordo com o definido na tabela 1 (20 gramas).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2017/003838 (azeite). b) NA. c) Balança 2G; Banho 16F; Sonda de trabalho 86CY.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?		X (b)		a) Sim. IQ.23.0R Determinação de acidez - Gorduras - EN ISO 660 e IQ.124.0B Padronização do hidróxido de sódio. b) Não foi evidenciada a validação do impresso IQ.23.0R. Impresso IQ.124.0B validado em 2015-09-03.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 27 de janeiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN ISO 660:2009 Animal and vegetable fats and oils – Determination of acid value and acidity.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2G; massas 75, 76, 104 e 183; banho 16F; sonda de trabalho 86CY; sonda de referência 110H. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Os equipamentos balança 2G, massas 75, 76, 104 e 183, sonda de referência 110H têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA). - O equipamento 86CY tem a etiqueta de verificação (IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Banho 16F b1) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.05.3 Banhos e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2017-01-27. c1) NA. d1) Sim. a2) Sonda 86CY b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. CALIBRAÇÃO: Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86CY: sonda 110H calibrada pelo CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.º LMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. (NOTA: já há nova calibração mas quando o equipamento foi verificado esta era a calibração em vigor). VERIFICAÇÃO: Data de verificação: Maio de 2016, próxima verificação a Maio de 2017. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c2) IQ.259.0 Verificação interna – Sondas de

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 27 de janeiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN ISO 660:2009 Animal and vegetable fats and oils – Determination of acid value and acidity.
Item	C	NC	NA	Comentários
				temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d2) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) <u>Bureta 10 ml</u> b1) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material de vidro volumétrico. Lote: 7576 (14.0543) CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada pela NORMALAB no dia 2015-07-15, com o certificado n.º31792, emitido a 2015-07-15, apto em 2015-07-20, próxima calibração em 2018-07. c1) NA. d1) Sim. a2) <u>Pipeta graduada 10 ml</u> b2) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Lote 0458 - OK MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK. c2) NA. d2) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) <u>Balança 2G</u> b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-12-05, certificado de calibração n.º10775/16, emitido pelo EIA em 2016-12-05, apto em 2017-01-18, próxima calibração em 2018-05. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – 2017-01-27. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim. a2) <u>Massas utilizadas na verificação da balança 2G</u> b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. CALIBRAÇÃO: Massa de 5 mg (104): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 27 de janeiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN ISO 660:2009 Animal and vegetable fats and oils – Determination of acid value and acidity.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>n.º7290/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 1 g (183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7305/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 10 g (76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7309/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 100 g (75): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7306/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>c2) NA. d2) Sim.</p>
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis?	X			a1) <u>Etanol Absoluto</u> : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do etanol absoluto (D9) (lote: 16K184039). b1) Sim. a2) <u>Hidróxido de sódio</u> : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do hidróxido de sódio (B4) (lote: 16C100018). b2) Sim.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 27 de janeiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN ISO 660:2009 Animal and vegetable fats and oils – Determination of acid value and acidity.
Item	C	NC	NA	Comentários
b) Existem os certificados de lote?				a3) Solução de hidróxido de sódio : Sim. Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC. b3) NA. a4) Fenolftaleína : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da fenolftaleína (E7) (lote: 0000442511). b4) No foi evidenciado o certificado de lote deste reagente, pois como se trata de um lote antigo este já não se encontra nas instalações da empresa. No entanto a existência deste certificado de lote pode ser evidenciada na auditoria realizada em 2016-01 ao método NP 1712:1981 – Manteiga. Determinação da acidez total. a5) Solução de fenolftaleína 1% : Sim. Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC. b5) NA.
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	X			a) Repetibilidade definida na norma. b) e c) VM.055.0 - 2017-02-07
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2016/089512. b) NA. c) Boletim analítico n.º 99273/EGI/16.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS,	X			a) Sim. b) Sim. 2G e 16F. c) NA.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 27 de janeiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN ISO 660:2009 Animal and vegetable fats and oils – Determination of acid value and acidity.
Item	C	NC	NA	Comentários
curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?				
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Sim. <u>Acidez, expressa em ácido oleico</u> (1) Massa da toma = m = 20,0213 g Volume usado da solução standard volumétrica de hidróxido de sódio = V = 1,28 ml Concentração da solução standard volumétrica de hidróxido de sódio = c = 0,1001 mol/l Massa molar = M = 282 g/mol $\text{Acidez} = (V \times c \times M \times 100) / (1000 \times m) = (1,28 \times 0,1001 \times 282 \times 100) / (1000 \times 20,0213) = 0,180 \text{ g/100 g}$ (2) Massa da toma = 20,0288 g Volume usado da solução standard volumétrica de hidróxido de sódio = 1,28 ml Concentração da solução standard volumétrica de hidróxido de sódio = 0,1001 mol/l Massa molar = M = 282 g/mol $\text{Acidez} = (V \times c \times M \times 100) / (1000 \times m) = (1,28 \times 0,1001 \times 282 \times 100) / (1000 \times 20,0288) = 0,180 \text{ g/100 g}$ Resultado médio = 0,180 g/100 g b) Os resultados são expressos em g/100 g, com arredondamento a duas casas decimais (pois o resultado encontra-se entre 0,10 e 1.,00 g/100 g).
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1B: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2015-10-20) - Certificado de habilitações – OK - CV - OK - Atualizado em 2015-02-27. b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25 Descrição de funções, Isabel Pontes (2015-04-16). IQ.26 Lista de competências (a analista adquiriu competência para este ensaio em 2012-10-18).

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 27 de janeiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN ISO 660:2009 Animal and vegetable fats and oils – Determination of acid value and acidity.
Item	C	NC	NA	Comentários
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) Sim. Fevereiro de 2016 – Bipea Azeite - Amostra n.º 2016/005740. Junho de 2016 – Bipea Azeite - Amostra n.º 2016/038322. c) NA.
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. DPCS Olive Oil Oleic Acid (%) (barcode PR061-NOV16). b) Sim. c) Não. RSD < 1% - 2,56% (NOTA: RSD temporário - atualizado com os 7 primeiros pontos). d) NA.
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável				

Anexo 9: NP 1841-2:2009 Produtos de pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto de trimetilamina (N-TMA). Parte 2: Método espectrofotométrico.

Tabela 15. Relatório da auditoria técnica ao método NP 1841-2:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto de trimetilamina (N-TMA). Parte 2: Método espectrofotométrico.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 6 e 7 de fevereiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1841-2:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto de trimetilamina (N-TMA). Parte 2: Método espectrofotométrico.
Item	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. NP 1841-2:2009. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) - Pescado e derivados - Documentos diversos - e Pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.6 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, 2016-11-30.
O procedimento é seguido pelos analistas?		X (a2)		a1) O procedimento PAFQ.044.3 Métodos de preparação das amostras para análise encontra-se de acordo com a preparação da amostra definida na NP 4424:2004 Produtos da pesca e da aquicultura_Preparação da amostra para análise físico-química. a2) Por lapso, no parágrafo 6.6.1.4 Produtos da pesca em conserva – separação do líquido de cobertura do procedimento PAFQ.044, refere a utilização de um peneiro de 2 mm em vez de 2,8 mm. a3) A amostra (7614) - Atum em conserva foi preparada conforme definido no parágrafo 6.6.1.4 (foi evidenciada a utilização de um peneiro de 2,8 mm).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2016/007614 (atum). b) Lista de trabalho n.º 2017/004799. c) Balança 2A e 38A; Conta-minutos 59AD e 59AP (SPA); Stepper 77E; Micropipeta 82L e 82F; Espectrofotómetro 78C; Frigorífico 20B (4); Sonda de trabalho 191AD; Moinho granulador de laboratório 121C; Peneiro 185K.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 6 e 7 de fevereiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1841-2:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto de trimetilamina (N-TMA). Parte 2: Método espectrofotométrico.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	X			a) Sim. IQ.76.0E Retas de calibração do azoto trimetilamina e IQ.158.0 Soluções de calibração trimetilamina. b) Sim. Impresso IQ.76.0E validado em 2015-12-01 e impresso IQ.158.0 validado em 2013-07-10.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 38A e 2A; massas 68, 75, 76 e 183; conta-minutos 59AD e 59AP; cronómetro de referência 58; stepper 77E; micropipeta 82L e 82F; espectrofotómetro 78C; filtro de Hólmio 81; frigorífico 20B (4); sonda de trabalho 191AD; sonda de referência 102D; moinho granulador de laboratório 121C; peneiro 185K. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Os equipamentos balança 38A e 2A, massas 68, 75, 76 e 183, cronómetro de referência 58, stepper 77E, micropipeta 82L, espectrofotómetro 78C e sonda de referência 102D têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA). - Os equipamentos 191AD tem a etiqueta de verificação (IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura), 59AD e 59AP têm etiqueta de verificação (IQ.222.0 Verificação dos equipamentos metrológicos de contagem de tempo).

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 6 e 7 de fevereiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1841-2:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto de trimetilamina (N-TMA). Parte 2: Método espectrofotométrico.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Temperaturas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>		X (b1)		<p>a1) Frigorífico 20B (4)</p> <p>b1) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.14.1 Frigoríficos e congeladores e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>VERIFICAÇÃO: verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento. MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-02-26. (Constatou-se que apesar de a manutenção estar a ser efetuada, esta não estava a ser registada no IQ.35.1).</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) Sonda 191AD associada ao equipamento 20B</p> <p>b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191AD: sonda 102D calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/10 emitido em 2015-07-16. Apto em 2015-07-24. Próxima calibração em 2016-07. (Já foi efetuada nova calibração). VERIFICAÇÃO: Data de verificação: Fevereiro de 2016, próxima verificação a Fevereiro de 2017. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d2) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 6 e 7 de fevereiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1841-2:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto de trimetilamina (N-TMA). Parte 2: Método espectrofotométrico.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Volumes:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	X			<p>a1) <u>Stepper 77E</u></p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo Frilabo em 2016-11-30, certificado de calibração n.º 01350 emitido em 2016-11-30. Apto em 2016-12-05. Próxima calibração a 2017-03.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.45.1 Verificação diária das micropipetas – 2017-02-07.</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) <u>Micropipeta 82L</u></p> <p>b2) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo Frilabo em 2017-02-01, certificado de calibração n.º 01497 emitido em 2017-02-01. Apto em 2017-02-03. Próxima calibração a 2017-05.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.45.1 Verificação diária das micropipetas – 2017-02-07.</p> <p>c2) NA. d2) Sim.</p> <p>a3) <u>Balão volumétrico</u></p> <p>b3) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material de vidro volumétrico.</p> <p>Lote 0554 (100 ml) – OK</p> <p>c3) NA. d3) Sim.</p> <p>a4) <u>Provetas</u></p> <p>b4) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material de vidro volumétrico.</p> <p>Lote 445 (250 ml) - OK.</p> <p>c4) NA. d4) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 6 e 7 de fevereiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1841-2:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto de trimetilamina (N-TMA). Parte 2: Método espectrofotométrico.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Massas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	X			<p>a1) Balança 38A</p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-05-02, certificado de calibração n.º3254/16, emitido pelo EIA em 2016-05-05, apto em 2016-06-15, próxima calibração em 2017-05. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – 2017-02-06. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c1) IQ.199.2B – Validado em 2016-02-23.</p> <p>d1) Sim.</p> <p>a2) Balança 2A</p> <p>b2) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-05-03, certificado de calibração n.º3237/16, emitido pelo EIA em 2016-05-05, apto em 2016-06-15, próxima calibração em 2017-05. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – 2017-02-07. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c2) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d2) Sim.</p> <p>a3) <u>Massas utilizadas na verificação das balanças</u></p> <p>b3) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO:</p> <p>Massa de 1 g (183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7305/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 10 g (76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7309/16, emitido pelo EIA em 2016-09-</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 6 e 7 de fevereiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1841-2:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto de trimetilamina (N-TMA). Parte 2: Método espectrofotométrico.
Item	C	NC	NA	Comentários
				13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09. Massa de 100 g (75): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7306/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09. Massa de 500 g (68): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7307/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09. c3) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d3) Sim.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 6 e 7 de fevereiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1841-2:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto de trimetilamina (N-TMA). Parte 2: Método espectrofotométrico.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	X			<p>a1) <u>Conta-minutos 59AD</u> b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. CALIBRAÇÃO: Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro nº 58. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.54.1B Boletim de verificação interna - Conta minutos, verificação realizada em 2016-07-11. Próxima verificação em 2017-07. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) <u>Conta-minutos 59AP</u> b2) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. CALIBRAÇÃO: Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro nº 58. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.54.1B Boletim de verificação interna - Conta minutos, verificação realizada em 2017-01-13. Próxima verificação em 2018-01. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c2) NA. d2) Sim.</p> <p>a3) <u>Cronómetro de referência n.º 58</u> b3) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo CATIM em 2015-06-16, certificado de calibração n.º LMGE20155006296/10 emitido em 2015-06-16. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06 (equipamento já calibrado no dia 2016-07-20). Calibrada pelo EIA em 2016-07-20, certificado de calibração n.º6056/16 emitido em 2016-07-20. Apto em 2016-07-28. Próxima calibração a 2017-07. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c3) Sim. d3) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 6 e 7 de fevereiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1841-2:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto de trimetilamina (N-TMA). Parte 2: Método espectrofotométrico.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>a3) <u>Espectrofotómetro 78C</u> b3) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.50.1 Espectrofotómetro UV/Vis. CALIBRAÇÃO: calibrado pelo SOQUILAB em 2016-09-22, certificado de calibração n.º 16.09.0904 emitido em 2016-09-22. Apto em 2016-09-28. Próxima calibração a 2017-09. VERIFICAÇÃO: última verificação semanal realizada em 2017-01-31. Última verificação mensal realizada no dia 2017-02-01 – verificado o impresso IQ.165.4 Análise de verificação do espectrofotómetro com o filtro de hólmio. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK c3) IQ.165.4 Análise de verificação do espectrofotómetro com o filtro de hólmio, validado em 2015-09-17. d3) Sim.</p> <p>a4) <u>Moinho granulador de laboratório 121C</u> b4) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.16.1 Homogeneizadores e verificação realizada de acordo com o PAFQ.044.3 Métodos de preparação das amostras para análise. VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras. (NOTA: apenas foi verificado 2 vezes uma vez que esteve fora de uso). MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c4) IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras, validado em 2015-02-12. d4) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 6 e 7 de fevereiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1841-2:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto de trimetilamina (N-TMA). Parte 2: Método espectrofotométrico.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis?</p> <p>b) Existem os certificados de lote?</p>		<p>X</p> <p>(a2)</p> <p>(a5)</p> <p>(b7)</p> <p>(a8)</p>		<p>a1) Solução de ácido tricloroacético: Sim. Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC e verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido tricloroacético (A8) (lote: MKBZ2555V) b1) Sim.</p> <p>a2) Solução de aldeído fórmico: Não. Não foi verificado o registo da solução no IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC, mas verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do formaldeído a 37-38% (D17) (lote: 15E290509). b2) Sim.</p> <p>a3) Tolueno anidro: Sim. Verificado o registo no IQ.197.1 Controlo dos reagentes do tolueno anidro (D42) (lote: P5L008165L). b3) Sim.</p> <p>a4) Sulfato de sódio anidro: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do sulfato de sódio anidro (C56) (lote: 0000553514). b4) Sim.</p> <p>a5) Solução de hidróxido de potássio: Não. Não foi verificado o registo da solução no IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC, mas verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do hidróxido de potássio (B6) (lote: 16D254127). b5) Sim.</p> <p>a6) Solução de ácido clorídrico: Sim. Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC e verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido clorídrico 37% (H7) (lote: 16G064009). b6) Sim.</p> <p>a7) Solução padrão de ácido pícrico: Sim. Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC e o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido pícrico (A12) (lote: STBD7905V). b7) Não. Constatou-se que este reagente foi utilizado fora da data de validade (data de validade - 2016/01).</p> <p>a8) Cloridrato de trimetilamina: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 6 e 7 de fevereiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1841-2:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto de trimetilamina (N-TMA). Parte 2: Método espectrofotométrico.
Item	C	NC	NA	Comentários
				cloridrato de trimetilamina (F42) (lote: I13W032). b8) Sim. Constatou-se que o certificado de lote deste reagente não define a data de validade. A analista considerou "5 anos após abertura", no entanto esta validade não se encontra definida em nenhum procedimento. a9) Soluções de dicromato de potássio: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do kit para verificação dos abs do esp UV/Vis (F245) (lote: HC69278658). b9) Sim.
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.		X		VM.057.0 - 2017-02-09 A repetibilidade utilizada pelo laboratório não é a que está definida na Norma. O laboratório considera que a repetibilidade definida na Norma é exageradamente elevada - 50 mg/100g, tendo por isto estudado e definida a sua própria repetibilidade. Nota: Não foi evidenciado o teste de homogeneidade de variâncias, já que a analista acrescentou dois novos pontos na reta de calibração (limiares analíticos).
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2017/011539. b) NA. c) Boletim analítico n.º 12504/EGI/17.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS,		X		a) Sim. b) Sim. 38C e 78C. c) Sim. Verificado no IQ.76.0AT Reta de calibração da trimetilamina; IQ.265.0A Controlo dos parâmetros da reta de calibração - Trimetilamina - NP 1841-2; IQ.90.0F Determinação de humidade para o cálculo do teor de azoto de trimetilamina. Nota: Não foi evidenciada a validação dos impressos IQ.76.0AT Reta de calibração da trimetilamina, IQ.265.0A Controlo dos parâmetros da reta de calibração - Trimetilamina - NP 1841-2 e IQ.90.0F Determinação de

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 6 e 7 de fevereiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1841-2:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto de trimetilamina (N-TMA). Parte 2: Método espectrofotométrico.
Item	C	NC	NA	Comentários
curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?				humidade para o cálculo do teor de azoto de trimetilamina.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.		X (b1) (b2)		<p>a) Sim.</p> <p>Teor de azoto de trimetilamina</p> <p>(1) m = Massa da toma = 50,139 g c = Concentração do ensaio (massa de azoto em 4 ml na solução lida na curva de referência) = 55,4264 $\mu\text{g}/4 \text{ ml}$ v = Volume do extrato = 4 ml F_c = Fator de correção de volume (teor de água existente na toma para análise) = $m \times \text{humidade}/100 = (50,139 \times 61,58)/100 = 30,876$ Teor de azoto de trimetilamina = $(c \times (150 + F_c))/(10 \times m_0 \times V) = (55,4264 \times (150 + 30,876))/(10 \times 50,139 \times 4) = 4,9987 \approx 4,999 \text{ mg}/100 \text{ g}$</p> <p>(2) m = Massa da toma = 50,139 g c = Concentração do ensaio (massa de azoto em 4 ml na solução lida na curva de referência) = 25,5891 $\mu\text{g}/4 \text{ ml}$ v = Volume do extrato = 2 ml F_c = Fator de correção de volume (teor de água existente na toma para análise) = $m \times \text{humidade}/100 = (50,139 \times 61,58)/100 = 30,876$ Teor de azoto de trimetilamina = $(c \times (150 + F_c))/(10 \times m_0 \times V) = (25,5891 \times (150 + 30,876))/(10 \times 50,139 \times 2) = 4,6156 \approx 4,616 \text{ mg}/100 \text{ g}$</p> <p>b) O resultado final corresponde à média do duplicado (quando existente), cumprindo o critério de repetibilidade. Os resultados são expressos em mg/100 g, com arredondamento a duas casas decimais.</p> <p>b1) Não foi evidenciado o cumprimento do arredondamento definido (2cd). Os resultados apresentam-se no boletim analítico arredondados com 3 casas decimais.</p> <p>b2) Não foi evidenciado o cumprimento do parágrafo 9.5 "Devem efetuar-se pelo menos dois ensaios sobre a mesma amostra"-</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 6 e 7 de fevereiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1841-2:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto de trimetilamina (N-TMA). Parte 2: Método espectrofotométrico.
Item	C	NC	NA	Comentários
				O laboratório cumpre com o definido no procedimento PCQ.04 Controlo da qualidade: "São realizadas em duplicado entre 5 a 10% do total de análises. A sua escolha é aleatória e é da responsabilidade do analista que realiza o ensaio".
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1A: - IQ.24.2 Plano de formação inicial – OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016-09-14) - Certificado de habilitações – OK - CV - OK - Atualizado em 2017-02-19. b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25 Descrição de funções, Ana Martins (2015-04-16). IQ.26 Lista de competências (a analista adquiriu competência para este ensaio antes de 2012-06).
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) Não, apenas uma. Março de 2016 – LGC - Amostra n.º 2016/019596 (o laboratório apenas encontrou este ECI, mas que não estava no âmbito de acreditação da LGC). c) NA.
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido		X (a)		a) AS-SOP-008: Statistical Process Control Charting Chemistry: "If a lab performs less than one hundred samples per year, then a control chart is not required. However, the test must include a reference sample that has a known amount of the analyte" - Não foi evidenciado o cumprimento deste requisito. b) c) d) NA.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 6 e 7 de fevereiro de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1841-2:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto de trimetilamina (N-TMA). Parte 2: Método espectrofotométrico.
Item	C	NC	NA	Comentários
no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?				
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável				

Anexo 10: PAFQ.211.0 Determinação do resíduo seco solúvel. Método refratométrico.

Tabela 16. Relatório da auditoria técnica ao método PAFQ.211.0 Determinação do resíduo seco solúvel. Método refratométrico.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 22 de março de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.211.0 Determinação do resíduo seco solúvel. Método refratométrico.
Item	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. PAFQ.211.0:2017. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) - Pasta 4_PAFQ_Procedimentos relativos às análises físico-químicas_Parte 1 e Pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.6 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, 2017-02-20.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2017/018162 (água tónica). b) Lista de trabalho n.º 2017/010180. c) Refratómetro digital 26; Estufa refrigerada 125; Sonda de trabalho 86BN.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?		X (a)		a) A analista utilizou o impresso IQ.63.0A BRIX NP785 para registar os dados deste método, ou seja, não foi evidenciada a existência de um impresso para este método. b) NA.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: estufa refrigerada 125; sonda de trabalho 86BN; refratómetro digital 26. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Os equipamentos sonda de referência 110H e estufa refrigerada 125 têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 22 de março de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.211.0 Determinação do resíduo seco solúvel. Método refratométrico.
Item	C	NC	NA	Comentários
				EMA). - O equipamento sonda 86BN tem a etiqueta de verificação (IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) <u>Estufa refrigerada 125</u> b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo EIA em 2016-05-02, certificado de calibração n.º 3269/16 emitido em 2016-05-05. Apto em 2016-06-15. Próxima calibração a 2017-05. VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - os registos encontram-se atualizados. MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2017-03-07. c1) NA. d1) Sim. a2) <u>Sonda 86BN associada ao equipamento 125</u> b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. CALIBRAÇÃO: Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86BN: sonda 110H calibrada pelo CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.º LMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. VERIFICAÇÃO: Data de verificação: Maio de 2016, próxima verificação a Maio de 2017. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d2) Sim.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 22 de março de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.211.0 Determinação do resíduo seco solúvel. Método refratométrico.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 22 de março de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.211.0 Determinação do resíduo seco solúvel. Método refratométrico.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		X (b1)		a1) Refratómetro digital 26 b1) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.23.1 Refratómetro Digital. VERIFICAÇÃO: Verificação diária com as soluções de sacarose - OK (verificação registada no impresso IQ.63.0A). Tendo em conta que a gama de trabalho é de 1,0 g/100 g a 100,0 g/100 g, não foi evidenciada a verificação do equipamento abaixo de 1,0 g/100 g. Verificação anual - Verificado o IQ.91.4 Verificação do Refratómetro digital, verificação realizada em 2016-06-15 e 2016-07-21. MANUTENÇÃO: Verificado o IQ.35.1 Manutenção de Equipamento, manutenção realizada em 2017-01-20. c1) NA. d1) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?	X			a) Soluções de sacarose: Sim. Verificado o IQ.63.0A BRIX NP 785 e verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da sacarose (C94) (lote: SZBD0500V). b) Sim.
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	X			VM.064.0 - 2017-03-10
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2017/009871. b) Lista de trabalho n.º 2017/005972. c) Boletim analítico n.º 15436/EGI/17.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 22 de março de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.211.0 Determinação do resíduo seco solúvel. Método refratométrico.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) NA. b) NA. c) Sim. Verificado no IQ.63.0A BRIX NP 785. Nota: ver Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método?; b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.		X (a)		a) Sim. Leitura 1 = 0,21 g/100 g Leitura 2 = 0,21 g/100 g Resultado médio = 0,2 g/100 g. Tendo em conta que a analista não utilizou o impresso associado para este método, não foi evidenciada a utilização do limite de repetibilidade deste método, ou seja, o valor médio apresentado foi avaliado com base no limite de repetibilidade definido para a NP 785. b) Os resultados são expressos em g/100g, com arredondamento a uma casa decimal.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1D: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016-12-14) - Certificado de habilitações - OK - CV - OK - Atualizado em 2017-02-09. b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25 Descrição de funções, Mónica Ferreira (2015-04-16). A competência para este método foi atribuída em 2017-02-20, por equivalência à NP 785 e NP EN 12143 (ver IQ.255.2 Matriz de qualificação inicial_competências).

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 22 de março de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.211.0 Determinação do resíduo seco solúvel. Método refratométrico.
Item	C	NC	NA	Comentários
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) Fevereiro de 2017 – ECI Bipea – Amostra n.º 2017/009871. c) NA.
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. DPCS Powdered Beverage (barcode PR081-NOV16). b) Sim. c) RSD < 2 - 0,99 d) NA.
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável				

Anexo 11: PAFQ.069B.2 Determinação de matéria gorda total.

Tabela 17. Relatório da auditoria técnica ao método PAFQ.069B.2 Determinação de matéria gorda total.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 24, 28 e 29 de março de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.069B.2 Determinação de matéria gorda total.
Item	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. PAFQ.069.2, de 2017-03-23. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) - Pasta 4_PAFQ_Procedimentos relativos às análises físico-químicas_Parte 1 e Pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.6 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, 2017-03-23.
O procedimento é seguido pelos analistas?		X		a) A metodologia de preparação da amostra "tiras de milho" descrita pela analista da sala de preparação de amostras não se encontra definida no PAFQ.044.3 Métodos de preparação de amostras para análise. b) Constatou-se que o impresso IQ.23.1A não está adaptado para o registo dos ensaios em branco, como definido no parágrafo 6.4.2.3 Método MG total.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) b) Foi auditada uma amostra utilizada na validação do método (tiras de milho). c) Balança 2A; Estufa 13D; Sonda de trabalho 86DG; Estufa 12C; Cronómetro 59AG; Extrator de Soxhlet 117D; Hidrotec 71; Chiller 155B; Moinho granulador de laboratório 121C.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	X			a) Tratando-se de uma amostra da validação a analista registou os resultados na folha de excel utilizada para registar os dados da validação. b) NA.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 24, 28 e 29 de março de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.069B.2 Determinação de matéria gorda total.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2A; massas 75, 76 e 183; estufa 13D; sonda de trabalho 86DG; sonda de referência 110H; estufa 12C; conta-minutos 59AG; cronómetro de referência 58; extrator de Soxhlet 117D; hidrotec 71; chiller 155B; moinho granulador de laboratório 121C. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Os equipamentos balança 2A, massas 75,76 e 183, estufa 14H, sonda de referência 110H, cronómetro de referência 58 têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA). - O equipamento 86DG tem a etiqueta de verificação (IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		X (b3)		a1) <u>Estufa 13D</u> b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo EIA em 2017-01-18, certificado de calibração n.º ES-140TP-17 emitido em 2017-02-02. Apto em 2017-02-10. Próxima calibração a 2018-01. VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - os registos encontram-se atualizados. MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2017-03-07. c1) NA. d1) Sim. a2) <u>Sonda 86DG associada ao equipamento 13D</u> b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. CALIBRAÇÃO: Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86DG: sonda 110H calibrada pelo CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.º LMT20155006297/20

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 24, 28 e 29 de março de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.069B.2 Determinação de matéria gorda total.
Item	C	NC	NA	Comentários
				emitido em 2015-06-28. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. VERIFICAÇÃO: Data de verificação: Maio de 2016, próxima verificação a Maio de 2017. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d2) Sim. a3) Estufa 12C b3) Utilização realizada de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas. VERIFICAÇÃO: Não foram evidenciados os registos da verificação deste equipamento. MANUTENÇÃO: Não foram evidenciados os registos da manutenção deste equipamento. c3) NA. d3) NA.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 24, 28 e 29 de março de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.069B.2 Determinação de matéria gorda total.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Massas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	X			<p>a1) Balança 2A</p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-05-03, certificado de calibração n.º3237/16, emitido pelo EIA em 2016-05-05, apto em 2016-06-15, próxima calibração em 2017-05. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – 2017-03-24/29. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d1) Sim.</p> <p>a2) Massas utilizadas na verificação da balança 2A</p> <p>b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO:</p> <p>Massa de 1 g (183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7305/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 10 g (76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7309/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 100 g (75): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7306/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>c2) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d2) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 24, 28 e 29 de março de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.069B.2 Determinação de matéria gorda total.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	X			<p>a1) <u>Conta-minutos 59AG</u></p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. CALIBRAÇÃO: Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro nº 58. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.54.1B Boletim de verificação interna - Conta minutos, verificação realizada em 2016-04-29. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) <u>Cronómetro de referência n.º 58</u></p> <p>b2) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo CATIM em 2015-06-16, certificado de calibração n.º LMGE20155006296/10 emitido em 2015-06-16. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c2) Sim. d2) Sim.</p> <p>a3) <u>Extrator de Soxhlet 117D</u></p> <p>b3) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.74.2 Soxtec Avanti. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.262.0 Registo de ensaios em branco, verificação realizada em 2017-02-23. Verificado o IQ.143.2 Controlo de reagentes/consumíveis. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c3) NA. d3) Sim.</p> <p>a4) <u>Hidrotec 71</u></p> <p>b4) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PAFQ.069.2 Determinação de matéria gorda total. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c4) NA. d4) Sim.</p> <p>a5) <u>Moinho granulador de laboratório 121C</u></p> <p>b5) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 24, 28 e 29 de março de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.069B.2 Determinação de matéria gorda total.
Item	C	NC	NA	Comentários
				PEQ.16.1 Homogeneizadores e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PAFQ.044.3 Métodos de preparação das amostras para análise. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c5) IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras, validado em 2015-02-12. d5) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?		X (b2)		a1) Solução de ácido clorídrico : Sim. Não foi verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC, uma vez que a solução é preparada diariamente, e verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido clorídrico 37% (H7) (lote: 17C064016). b1) Sim. a2) Celite : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da celite (F22) (lote: A0369745). b2) Não foi evidenciado certificado de lote . a3) Éter de petróleo : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do éter de petróleo (D2) (lote: 17A124041). b3) Sim.
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.		X (c)		VM.067.0 – 2017-03-24. c) Não foi evidenciado o estudo da incerteza para teores de matéria gorda inferiores a 10 g/100 g .
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2016/078762. b) Lista de trabalho n.º 2016/040893. c) Boletim analítico n.º 91448/EGI/16.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 24, 28 e 29 de março de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.069B.2 Determinação de matéria gorda total.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?		X		<p>Foi constatado que a analista efetuou toda a rastreabilidade na folha de excel que está a ser utilizada na validação do método, ou seja, numa folha não controlada. A analista deveria ter efetuado todos os registos do ensaio no IQ.23A (nota: este impresso não se encontra adaptado para efetuar os registos do ensaio em branco, tal como definido no procedimento).</p> a) NA. b) Sim. 2A e 13B. c) Sim.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Sim. <u>Teor de matéria gorda</u> (1) M1 = Massa da toma = 1,0022 g M2 = Massa do copo de extração com reguladores de ebulição = 39,1696 g M3 = Massa do copo de extração com reguladores de ebulição e gordura extraída = 39,2763 g Teor de matéria gorda = $((M3 - M2)/M1) \times 100$ $100 = ((39,2763 - 39,1696)/1,0022) \times 100 = 10,6466 \text{ g}/100\text{g}$ (2) M1 = Massa da toma = 1,0088 g M2 = Massa do copo de extração com reguladores de ebulição = 29,6879 g M3 = Massa do copo de extração com reguladores de ebulição e gordura extraída = 29,7976 g Teor de matéria gorda = $((M3 - M2)/M1) \times 100$ $100 = ((29,7976 - 29,6879)/1,0088) \times 100 = 10,8743 \text{ g}/100 \text{ g}$ Resultado médio = 10,8 g/100 g b) Os resultados são expressos em g/100 g, com arredondamento a uma casa decimal.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 24, 28 e 29 de março de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.069B.2 Determinação de matéria gorda total.
Item	C	NC	NA	Comentários
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1D: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016-12-14) - Certificado de habilitações - OK - CV - OK - Atualizado em 2017-02-09. b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25 Descrição de funções, Mónica Ferreira (2015-04-16). A analista adquiriu competência para este método antes de Junho de 2012.
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) Sim. Outubro de 2016 – Bipea butter biscuit - Amostra n.º 2016/079872. Novembro de 2016 – Cereal Silliker - Amostra n.º 2016/078762. Novembro de 2016 – Meat LGC - Amostra n.º 2016/087754. c) NA.
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?		X (a)		a) AS-SOP-008: Statistical Process Control Charting Chemistry: "If a lab performs less than one hundred samples per year, then a control chart is not required. However, the test must include a reference sample that has a known amount of the analyte" - Não foi evidenciado o cumprimento deste requisito. A analista utiliza a carta de controlo e os limites do DPCS referente ao método A. b) c) d) NA.
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável				

Anexo 12: PAFQ.996.1 Cálculo de hidratos de carbono e energia.

Tabela 18. Relatório da auditoria técnica ao método PAFQ.996.1 Cálculo de hidratos de carbono e energia.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 3 de Abril de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.996.1 Cálculo de hidratos de carbono e energia.
Item	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. PAFQ.996.1, de 2015-03-31. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – PAFQ - Procedimentos relativos às Análises Físico-Químicas – Pasta 4 e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?			X	
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra nº 2017/017778. b) c) NA.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	X			a) Sim. IQ.273.3A Cálculo do VE E HC - Geral. b) Sim. Impresso IQ.273.3A validado em 2015-04-09.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).			X	

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 3 de Abril de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.996.1 Cálculo de hidratos de carbono e energia.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 3 de Abril de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.996.1 Cálculo de hidratos de carbono e energia.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?			X	

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 3 de Abril de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.996.1 Cálculo de hidratos de carbono e energia.
Item	C	NC	NA	Comentários
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	X			a) b) NA. c) Incerteza calculada em 2016-08-04 (ver VM.050.0).
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2016/087740. b) Lista de trabalho n.º 2016/044794. c) Boletim analítico n.º 97769/EGI/16.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?			X	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.		X (b)		a) Sim. Humidade = 57,5 g/100 g Cinza total = 2,39 g/100 g Proteína bruta = 11,24 g/100 g Matéria gorda = 16,1 g/100 g Fibra alimentar = 4,3 g/100 g Hidratos de carbono Hidratos de Carbono = 100 – Humidade (g/100g) – Cinza (g/100g) – Proteína (g/100g) – Matéria Gordas (g/100g) – Fibra Alimentar (g/100g) = 100 – 57,5 – 2,39 – 11,24 – 16,1 – 4,3 = 8,47 ≈ 8,5 g/100 g Energia (kcal/100g) Energia = (Hidratos de Carbono (g/100g) + Proteína (g/100g)) x 4 + Matéria Gordas (g/100g) x 9 + Fibra Alimentar (g/100g) x 2 = (8,5 + 11,24) x 4 + 16,1 x 9 + 4,3 x 2 =

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 3 de Abril de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.996.1 Cálculo de hidratos de carbono e energia.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>232,46 ≈ 232,5 kcal/100 g Energia (kJ/100g) Energia = (Hidratos de Carbono (g/100g) + Proteína (g/100g)) x 17 + Matéria Gorda (g/100g) x 37 + Fibra Alimentar (g/100g) x 8 = (8,5 + 11,24) x 17 + 16,1 x 37 + 4,3 x 8 = 965,68 ≈ 965,7 kJ/100 g b1) Os resultados do cálculo dos hidratos de carbono são expressos em g/100g, com arredondamento a uma casa decimal. b2) Os resultados do cálculo da energia são expressos em kcal/100 g e kJ/100 g, com arredondamento a uma casa decimal. NOTA: de acordo com o procedimento PAFQ.996 os resultados dos hidratos de carbono e energia são apresentados com uma casa decimal, no entanto constatou-se que no sistema informático encontra-se definido que para resultado de energia superiores ou iguais a 151kcal e resultados de energia expressos em kJ, estes são apresentados às unidades.</p>
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?			X	
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) Sim. LGC_Meat 730_Março 2016 - amostra n.º 2016/019603; LGC_Meat 731_Novembro 2016 - amostra n.º 2016/087740. c) Sim. NC 1106/Q/Jan2017.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 3 de Abril de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: PAFQ.996.1 Cálculo de hidratos de carbono e energia.
Item	C	NC	NA	Comentários
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?			X	
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável				

Anexo 13: ISO 3961:2013 Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value.

Tabela 19. Relatório da auditoria técnica ao método ISO 3961:2013 Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value, realizada à analista principal.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 24 de Abril de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: ISO 3961:2013 Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value.
Item	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. ISO 3961:2013. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Gorduras e óleos comestíveis – Normas ISO – Pasta 2 e Pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.6 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, 2016-11-30.
O procedimento é seguido pelos analistas?		X		a) Não foi evidenciada a pesagem da amostra para "glass weighing scoops". b) O ponto 6.2 define: "Conical flasks, capacity 500 ml, fitted with ground glass stoppers and showing no evidence of the presence of moisture" - Apesar de aparentemente o balão não apresentar sinal de humidade, seria prudente a analista secar o balão na estufa e mantê-lo em exsiccador até iniciar a pesagem. c) Apesar de não ser definido na norma, o laboratório deverá definir um critério de aceitação para o ensaio em branco.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2017/024086 (matéria-prima). b) Lista de trabalho n.º 2017/013441. c) Balança 2A.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos,	X			a) Sim. IQ.124.0H Padronização do tiossulfato de sódio. b) Sim. Impresso IQ.124.0H validado em 2015-09-03.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 24 de Abril de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: ISO 3961:2013 Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value.
Item	C	NC	NA	Comentários
estes estão devidamente validados?				
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2A; massas 75, 76 e 183. b) - Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Os equipamentos balança 2A e massas 75, 76 e 183 têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de cali-		X (b2)		a1) Balão volumétrico b1) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material de vidro volumétrico. Lote C15 (250 ml), lote 0558 (200 ml) – OK c1) NA. d1) Sim. a2) Provetas b2) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material de vidro volumétrico. Lote 0562 (500 ml) - não foi evidenciado o certificado de lote c2) NA. d2) Sim. a3) Pipetas volumétricas

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 24 de Abril de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: ISO 3961:2013 Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value.
Item	C	NC	NA	Comentários
bração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?				b3) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material de vidro volumétrico. Lote 0523 (25 ml) e lote M14 (20 ml) – OK C3) NA. d3) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		X (b1)		a1) Balança 2A b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-05-03, certificado de calibração n.º3237/16, emitido pelo EIA em 2016-05-05, apto em 2016-06-15, próxima calibração em 2017-05. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – 2017-04-24. Constatou-se que este equipamento não foi verificado no dia 2017-04-24. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim. a2) Massas utilizadas na verificação da balança 2A b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. CALIBRAÇÃO: Massa de 1g (183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7305/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09. Massa de 10g (76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7309/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09. Massa de 100g (75): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7306/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09. c2) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d2) Sim.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 24 de Abril de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: ISO 3961:2013 Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?	X			a1) Solução de iodeto de potássio: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do iodeto de potássio (C37) (lote: 16L154134). b1) Sim. a2) Solução de amido: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do amido solúvel (F8) (lote: 16I284112). b2) Sim. a3) Tiosulfato de sódio: Sim. Verificado o IQ.124.0H Padronização do tiosulfato de sódio e verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do tiosulfato de sódio 5H (C34) (lote: 16E174108). b3) Sim. a4) Solvente: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido acético glacial (H3) (lote: 16J114017) e o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ciclohexano (D37) (lote: 15L300511). b4) Sim. a5) Reagente Wijs: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do reagente de Wijs (F66) (lote: HX68609063). b5) Sim.
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.		X (b) (c)		a) Repetibilidade definida na norma. b) Não foi evidenciado o estudo da precisão intermédia. c) Não foi evidenciado o estudo da incerteza.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 24 de Abril de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: ISO 3961:2013 Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2017/006540. b) Lista de trabalho n.º 2017/003948. c) Boletim analítico n.º 11795/EGI/17.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) Sim. b) Sim. 2A e 2G. c) Sim. Verificado no IQ.124.0H Padronização do tiosulfato de sódio e na lista de trabalho.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Sim. Valor de iodo (1) m = massa da toma = 0,3224 g c = concentração da solução de tiosulfato de sódio = 0,1019 mol/l V1 = volume de tiosulfato de sódio gasto no ensaio em branco = 46,80 ml V2 = volume de tiosulfato de sódio gasto na determinação = 28,30 ml Valor de iodo = $(12,69 \times c \times (V1 - V2))/m = (12,69 \times 0,1019 \times (46,80 - 28,30))/0,3224 = 74,20 \text{ g/100 g}$ (2) m = massa da toma = 0,3526 g c = concentração da solução de tiosulfato de sódio = 0,1019 mol/l V1 = volume de tiosulfato de sódio gasto no ensaio em branco = 46,80 ml V2 = volume de tiosulfato de sódio gasto na determinação = 27,20 ml Valor de iodo = $(12,69 \times c \times (V1 - V2))/m = (12,69 \times 0,1019 \times (46,80 - 27,20))/0,3526 = 71,88 \text{ g/100 g}$

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 24 de Abril de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: ISO 3961:2013 Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value.
Item	C	NC	NA	Comentários
				Resultado médio = 73 g/100 g b) Os resultados são expressos em g/100 g, com arredondamento à unidade para resultados superiores a 60 g/100 g.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016-09-14). - Certificado de habilitações – OK - CV - OK - Atualizado em 2017-02-19. b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25 Descrição de funções, Ana Martins (2015-04-16). IQ.26 Lista de competências (a analista adquiriu competência para este ensaio antes de Junho de 2012).
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) Sim. Fevereiro de 2016 – Bipea olive oil - Amostra n.º 2016/005740. Junho de 2016 – Bipea olive oil - Amostra n.º 2016/038322. c) NA.
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de	X			a) Sim. DPCS Olive oil (barcode PR062-NOV15). b) Sim. c) Sim. RSD < 10% - 2,29% d) NA.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 24 de Abril de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: ISO 3961:2013 Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value.
Item	C	NC	NA	Comentários
limites/tendências estão registadas e tratadas?				
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável				

Tabela 20. Relatório da auditoria técnica ao método ISO 3961:2013 Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value, realizada à analista substituta.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 24 de Abril de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: ISO 3961:2013 Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value.
Item	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. ISO 3961:2013. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Gorduras e óleos comestíveis – Normas ISO – Pasta 2 e Pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			A analista não possui uma cópia da norma, uma vez que é a analista substituta.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			a) Não foi evidenciada a pesagem da amostra para "glass weighing scoops". b) O ponto 6.2 define: "Conical flasks, capacity 500 ml, fitted with ground glass stoppers and showing no evidence of the presence of moisture" - Apesar de aparentemente o balão não apresentar sinal de humidade, seria prudente a analista secar o balão na estufa e mantê-lo em exsiccador até iniciar a pesagem. c) Apesar de não ser definido na norma, o laboratório deverá definir um critério de aceitação para o ensaio em branco. Não conformidade já detetada e registada 1440/Q/Jun2017
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho	X			a) Amostra n.º 2017/024088 (matéria-prima). b) Lista de trabalho n.º 2017/013442. c) Balança 2F.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 24 de Abril de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: ISO 3961:2013 Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value.
Item	C	NC	NA	Comentários
(quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.				
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	X			a) Sim. IQ.124.0H Padronização do tiossulfato de sódio. b) Sim. Impresso IQ.124.0H validado em 2015-09-03.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2A; massas 75, 76, 104 e 183. b) - Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Os equipamentos balança 2A e massas 75, 76, 104 e 183 têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 24 de Abril de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: ISO 3961:2013 Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Balão volumétrico b1) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material de vidro volumétrico. Lote C15 (250 ml) e lote 0558 (200 ml) – OK c1) NA. d1) Sim. a2) Provetas b2) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material de vidro volumétrico. Lote 0562 (500 ml) - OK c2) NA. d2) Sim. a3) Pipetas volumétricas b3) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material de vidro volumétrico. Lote 0523 (25 ml) e lote M14 (20 ml) – OK C3) NA. d3) Sim.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 24 de Abril de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: ISO 3961:2013 Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Massas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	X			<p>a1) <u>Balança 2F</u></p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-05-02, certificado de calibração n.º3241/16, emitido pelo EIA em 2016-05-05, apto em 2016-06-15, próxima calibração em 2017-05. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – 2017-04-24 - Constatou-se que este equipamento não foi verificado no dia 2017-04-24 - Não conformidade já detetada e registada 1441/Q/Jun2017. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d1) Sim.</p> <p>a2) <u>Massas utilizadas na verificação da balança 2A</u></p> <p>b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO:</p> <p>Massa de 5mg (183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7290/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 1g (183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7305/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 10g (76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7309/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 100g (75): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7306/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>c2) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d2) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 24 de Abril de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: ISO 3961:2013 Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?	X			a1) Solução de iodeto de potássio: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do iodeto de potássio (C37) (lote: 16L154134). b1) Sim. a2) Solução de amido: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do amido solúvel (F8) (lote: 16I284112). b2) Sim. a3) Tiosulfato de sódio: Sim. Verificado o IQ.124.0H Padronização do tiosulfato de sódio e verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do tiosulfato de sódio 5H (C34) (lote: 16E174108). b3) Sim. a4) Solvente: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido acético glacial (H3) (lote: 16J114017) e o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ciclohexano (D37) (lote: 15L300511). b4) Sim. a5) Reagente Wijs: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do reagente de Wijs (F66) (lote: HX68609063). b5) Sim.
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	X			a) Repetibilidade definida na norma. b) Não foi evidenciado o estudo da precisão intermédia. c) Não foi evidenciado o estudo da incerteza.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 24 de Abril de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: ISO 3961:2013 Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value.
Item	C	NC	NA	Comentários
				Não conformidade já detetada e registada 1442/Q/Jun2017
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2017/006539. b) Lista de trabalho n.º 2017/003941. c) Boletim analítico n.º 11794/EGI/17.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) Sim. b) Sim. 2A. c) Sim. Verificado no IQ.124.0H Padronização do tiosulfato de sódio e na lista de trabalho.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Sim. Valor de iodo (1) m = massa da toma = 0,3101 g c = concentração da solução de tiosulfato de sódio = 0,1018 mol/l V1 = volume de tiosulfato de sódio gasto no ensaio em branco = 46,70 ml V2 = volume de tiosulfato de sódio gasto na determinação = 28,25 ml Valor de iodo = $(12,69 \times c \times (V1 - V2))/m = (12,69 \times 0,1018 \times (46,70 - 28,25))/0,3101 = 76,86 \approx 77 \text{ g/100 g}$ b) Os resultados são expressos em g/100 g, com arredondamento à unidade.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 24 de Abril de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: ISO 3961:2013 Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value.
Item	C	NC	NA	Comentários
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 6: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016-12-14). - Certificado de habilitações – OK - CV - OK - Atualizado em 2017-02-06. b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25 Descrição de funções, Célia Almeida (2015-04-16). IQ.26 Lista de competências (a analista adquiriu competência para este ensaio antes de Junho 2012).
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) Sim. Fevereiro de 2016 – Bipea olive oil - Amostra n.º 2016/005741. Junho de 2016 – Bipea olive oil - Amostra n.º 2016/038323. c) NA.
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. DPCS Olive oil (barcode PR062-NOV15). b) Sim. c) Sim. RSD < 10% - 2,29% d) NA.
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável				

Anexo 14: NP 1152:1975 Especiarias. Determinação da cinza total.

Tabela 21. Relatório da auditoria técnica ao método NP 1152:1975 Especiarias. Determinação da cinza total.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 15 e 16 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1152:1975 Especiarias. Determinação da cinza total.
Item	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. NP 1152:1975. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Especiarias – Normas Portuguesas – e Pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.6 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, com a data de 2016-11-24.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2017/033185 (canela em pau). b) Lista de trabalho n.º 2017/017752. c) Balança 2F; Placa de aquecimento 51L; Mufla 34D; Sonda de trabalho 123B; Cronómetro 59AH; Moinho granulador de laboratório 130B.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?		X (b)		a) Sim. IQ.90.2A Determinação de cinza. b) Não. O impresso IQ.90.2A não se encontra validado.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2F; massas 75, 76, 104 e 183; placa de aquecimento 51L; mufla 34D; sonda de trabalho 123B; sonda de referência 122; conta-minutos 59AH; cronómetro de referência 58; moinho granulador de laboratório 130B. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Os equipamentos balança 2F, massas 75, 76, 104 e 183, mufla 34D, sonda de referência 122 e cronómetro de referência 58 têm

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 15 e 16 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1152:1975 Especiarias. Determinação da cinza total.
Item	C	NC	NA	Comentários
				etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA). - Os equipamentos 123B e 59AH têm a etiqueta de verificação (IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.222.0 Verificação dos equipamentos de contagem de tempo).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) <u>Mufila 34D</u> b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.20.0 Muflas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo EIA em 2016-05-02, certificado de calibração n.º 3253/16 emitido em 2016-05-06. Apto em 2016-06-15. Próxima calibração a 2017-05 (Nota: ainda está dentro da data mas é necessária nova calibração). VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - os registos encontram-se atualizados. MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2017-04-12. c1) NA. d1) Sim. a2) <u>Sonda 123B associada ao equipamento 34D</u> b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. CALIBRAÇÃO: Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 123B: sonda 122 calibrada pelo EIA em 2017-01-27, certificado de calibração n.º CL-559TP-17 emitido em 2017-01-30. Apto em 2017-02-10. Próxima calibração a 2018-01. VERIFICAÇÃO: Data de verificação a Novembro de 2016, próxima verificação a Novembro de 2017. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d2) Sim. a3) <u>Placa de aquecimento 51L</u>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 15 e 16 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1152:1975 Especiarias. Determinação da cinza total.
Item	C	NC	NA	Comentários
				b3) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.01.0 Agitadores, placas e mantas. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK c3) NA. d3) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) <u>Balança 2F</u> b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-05-02, certificado de calibração n.º3241/16, emitido pelo EIA em 2016-05-05, apto em 2016-06-15, próxima calibração em 2017-05. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – 2017-05-15/16. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim. a2) <u>Massas utilizadas na verificação da balança 2E</u> b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. CALIBRAÇÃO: Massa de 5mg (183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 15 e 16 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1152:1975 Especiarias. Determinação da cinza total.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>n.º7290/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 1g (183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7305/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 10g (76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7309/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 100g (75): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7306/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>c2) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d2) Sim.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	X			<p>a1) <u>Conta-minutos 59AH</u></p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. CALIBRAÇÃO: Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro nº 58. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.54.1B Boletim de verificação interna - Conta minutos, verificação realizada em 2017-01-12. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) <u>Cronómetro de referência n.º 58</u></p> <p>b2) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo EIA em 2016-07-20, certificado de calibração n.º 6056 emitido em 2016-07-20. Apto em 2016-07-29. Próxima calibração a 2017-07. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c2) Sim. d2) Sim.</p> <p>a3) <u>Moinho granulador de laboratório 130B</u></p> <p>b3) Utilização e manutenção realizadas de</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 15 e 16 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1152:1975 Especiarias. Determinação da cinza total.
Item	C	NC	NA	Comentários
				acordo com o definido no procedimento PEQ.16.1 Homogeneizadores e verificação realizada de acordo com o PAFQ.044.3 Métodos de preparação das amostras para análise. VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c3) IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras, validado em 2015-02-12. d3) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?	X			a1) Etanol : Verificado o registo no IQ.197.1 Controlo dos reagentes do etanol absoluto (D9) (lote: 17C104013). b1) Sim. NOTA: a norma refere o uso de etanol a 95% mas é usado etanol absoluto.
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.		X		a) A norma não define o limite de repetibilidade - não foi evidenciado o estudo do limite de repetibilidade para este método. b) Precisão intermédia atualizada em 2005-09-29. c) Incerteza atualizada em 2007-02-23. NOTA: apesar de ter sido evidenciada a revalidação do método (terminada em 2017-02), o laboratório ainda não procedeu ao tratamento estatístico dos resultados e consequentemente à emissão do relatório de validação (VM).
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2017/024153. b) NA. c) Boletim analítico n.º 30514/EGI/17.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)?	X			a) Sim. b) Sim. 2F e 34D. c) Sim. Verificado no IQ.90.2A Determinação de Cinza.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 15 e 16 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1152:1975 Especiarias. Determinação da cinza total.
Item	C	NC	NA	Comentários
b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?				
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Sim. Teor em cinza total (1) m_1 = massa da toma = 2,0376 g m_2 = massa da cinza obtida = massa da cápsula+cinza – massa da cápsula = 59,3143 – 59,0695 = 0,2448 g Teor em cinza total = $(m_2/m_1) \times 100 = (0,2448/2,0376) \times 100 = 12,0141 \%$ (2) m_1 = massa da toma = 2,0618 g m_2 = massa da cinza obtida = massa da cápsula+cinza – massa da cápsula = 57,8608 – 57,6131 = 0,2477 g Teor em cinza total = $(m_2/m_1) \times 100 = (0,2477/2,0618) \times 100 = 12,0138 \%$ Resultado médio = $(12,0141 + 12,0138)/2 = 12,0 \%$ b) Os resultados são expressos em percentagem/ g/100g, com arredondamento a uma casa decimal.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 2: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016-09-14). - Certificado de habilitações – OK - CV - OK - Atualizado em 2017-01-27. b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25 Descrição de funções, Elisabete Feiteira (2015-04-16). IQ.26 Lista de competências (a analista adquiriu competência para este ensaio antes de Junho de 2012).

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 15 e 16 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 1152:1975 Especiarias. Determinação da cinza total.
Item	C	NC	NA	Comentários
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. Foram realizadas amostras cegas de acordo com o definido no PGQ.01 Recursos Humanos. b) Sim. Fevereiro de 2016 – Amostra n.º 2016/006620. Julho de 2016 – Amostra n.º 2016/049835. c) NA.
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. Caril (barcode: PR1173-NOV16). b) Sim. c) d) NA.
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável				

Anexo 15: NP EN ISO 5983-2:2009 Alimentos para animais. Determinação do teor de azoto e cálculo do teor de proteína bruta. Parte 2: Método de mineralização em bloco e destilação pelo vapor.

Tabela 22. Relatório da auditoria técnica ao método NP EN ISO 5983-2:2009 Alimentos para animais. Determinação do teor de azoto e cálculo do teor de proteína bruta. Parte 2: Método de mineralização em bloco e destilação pelo vapor.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 18 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP EN ISO 5983-2:2009 Alimentos para animais. Determinação do teor de azoto e cálculo do teor de proteína bruta. Parte 2: Método da mineralização em bloco e destilação pelo vapor.
Item	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. NP EN ISO 5983-2:2009. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Alimentos para animais – Normas ISO e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.6 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, 2016-12-02.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2017/033884 (soja). b) Lista de trabalho n.º 2017/017987. c) Balança 2F; Dispensador automático 49D; Digestor de proteínas 118-A; Sonda de trabalho 123F; Destilador de proteínas 50; Hotte 44C.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	X			a) Sim. IQ.124.0D Padronização do ácido clorídrico. b) Impresso IQ.124.0D validado em 2015-09-03.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 18 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP EN ISO 5983-2:2009 Alimentos para animais. Determinação do teor de azoto e cálculo do teor de proteína bruta. Parte 2: Método da mineralização em bloco e destilação pelo vapor.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2F; massas 104, 183, 76 e 75; dispensador automático 49D; digestor de proteínas 118-A; sonda de trabalho 123F; destilador de proteínas 50; hotte 44C; anemómetro 131; moinho granulador de laboratório 130B. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Os equipamentos balança 2F, massas 75, 76, 104 e 183 têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) <u>Digestor de proteínas 118-A</u> b1) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.75.2 Digestor de proteínas. VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - Não é evidenciado o preenchimento do campo "Procedimento" - Não conformidade já detetada e registada 1405/Q/Jun2017 . Verificado o impresso IQ.176.4A Verificação analítica - Digestor - Os registos encontram-se atualizados. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK. c1) IQ.176.4A Verificação analítica – digestor – validado em 2016-01-27 e IQ.176.3B Verificação analítica – digestor – confirmação - validado em 2016-01-27. d1) Sim. a2) <u>Sonda 123F associada ao equipamento 118-A</u> b2) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK c2) NA. d2) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados?		X (c)		a) <u>Dispensador automático 49D</u> b) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.27.1 Dispensadores. VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.227.5 Verificação diária dos dispensadores. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo e

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 18 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP EN ISO 5983-2:2009 Alimentos para animais. Determinação do teor de azoto e cálculo do teor de proteína bruta. Parte 2: Método da mineralização em bloco e destilação pelo vapor.
Item	C	NC	NA	Comentários
b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?				funcional - OK c) IQ.227.5 Verificação diária dos dispensadores, não está validado. d) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Balança 2F b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-05-02, certificado de calibração n.º3241/16, emitido pelo EIA em 2016-05-05, apto em 2016-06-15, próxima calibração em 2017-05. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – 2017-05-18. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim. a2) Massas utilizadas na verificação da balança 2F b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. CALIBRAÇÃO: Massa de 5mg (104): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7290/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09. Massa de 1g (183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7305/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 18 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP EN ISO 5983-2:2009 Alimentos para animais. Determinação do teor de azoto e cálculo do teor de proteína bruta. Parte 2: Método da mineralização em bloco e destilação pelo vapor.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>Massa de 10g (76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7309/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 100g (75): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7306/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>c2) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d2) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 18 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP EN ISO 5983-2:2009 Alimentos para animais. Determinação do teor de azoto e cálculo do teor de proteína bruta. Parte 2: Método da mineralização em bloco e destilação pelo vapor.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	X			<p>a1) <u>Hotte 44C</u></p> <p>b1) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.08.0 Verificação da velocidade do ar - Hottes e CFL - último registo a 2016-09-14.</p> <p>NOTA: Constatou-se que foram obtidos valores fora do limite de aceitação - 0,25 a 0,5 m/s (Ver impresso IQ.08.0 Verificação da velocidade do ar Hottes e CFL). Não há evidências do registo desta NC - NC já registada 1132/Q/Jan2017. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) <u>Anemómetro 131</u></p> <p>b2) Verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Não foi evidenciada a verificação do anemómetro (verificação efetuada aquando da calibração externa da câmara de fluxo laminar) - NC já detetada e registada NC 1092/Q/Dez2016. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c2) NA. d2) Não.</p> <p>a3) <u>Destilador de proteínas 50</u></p> <p>b3) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.34.2 Destilador de proteínas.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.264.A Verificação analítica do destilador.</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c3) IQ.264.A Verificação analítica do destilador, validado em 2013-02-01. d3) Sim.</p> <p>a4) <u>Moinho granulador de laboratório 130B</u></p> <p>b4) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.16.1 Homogeneizadores e verificação realizada de acordo com o PAFQ.044.3 Métodos de preparação das amostras para</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 18 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP EN ISO 5983-2:2009 Alimentos para animais. Determinação do teor de azoto e cálculo do teor de proteína bruta. Parte 2: Método da mineralização em bloco e destilação pelo vapor.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>análise.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c4) IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras, validado em 2015-02-12. d4) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 18 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP EN ISO 5983-2:2009 Alimentos para animais. Determinação do teor de azoto e cálculo do teor de proteína bruta. Parte 2: Método da mineralização em bloco e destilação pelo vapor.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis?</p> <p>b) Existem os certificados de lote?</p>		X (b1) (b6)		<p>a1) Pastilhas de catalizador Kjeldahl: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes de Kjelhabs (C6) (lote: 131660). b1) Não foi evidenciado o certificado de lote.</p> <p>a2) Ácido sulfúrico: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido sulfúrico (H6) (lote: SZBG2440). b1) Sim.</p> <p>a3) Acetanilida: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da acetanilida (F81) (lote: BCBR5127V). b3) Sim.</p> <p>a4) Sacarose: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da sacarose (C94) (lote: SZBD0500V). b4) Sim.</p> <p>a5) Sulfato de Amónio: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do sulfato de amónio (C41) (lote: 334930). b5) Sim.</p> <p>a6) Hidróxido de Sódio: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do hidróxido de sódio (B2) (lote: 03017) e o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC. b6) Não foi verificado o certificado de lote.</p> <p>a7) Vermelho de metilo: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do vermelho de metilo (E3) (lote: 0000372318) e o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC. b7) Sim.</p> <p>a8) Verde de bromocresol: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do verde de bromocresol (E10) (lote: 10186406) e o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC. b8) Sim.</p> <p>a9) Ácido Bórico: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido bórico (A11) (lote: 5K013531) e o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC. b9) Sim.</p> <p>a10) Ácido Clorídrico: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido clorídrico (H7) (lote: 16L234016) e o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC. b10) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 18 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP EN ISO 5983-2:2009 Alimentos para animais. Determinação do teor de azoto e cálculo do teor de proteína bruta. Parte 2: Método da mineralização em bloco e destilação pelo vapor.
Item	C	NC	NA	Comentários
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	X			a) Repetibilidade definida na norma. b) Precisão intermédia atualizada em 2012. c) Incerteza atualizada em 2014-03-20.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2017/0025624. b) Lista de trabalho n.º 2017/014388 e 2017/014944. c) Boletim analítico n.º 28692/EGI/17.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) Sim. b) Sim. Balança 2G e Digestor 118A. c) Sim.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Sim. Teor em azoto Vs = volume de HCl gasto no ensaio = 34,6606 ml Vb = volume de HCl gasto no branco = 0,1490 ml Cs = concentração da solução padrão de Hcl = 0,1000 mol/l m = massa da toma = 0,5172 g Wn = $(1,4007 \times (Vs - Vb) \times Cs) / m = (1,4007 \times 34,6606 \times 0,1000) / 0,5172 = 9,387 \text{ g}/100 \text{ g}$ Teor de proteína bruta Teor de proteína bruta = Teor em azoto x 6,25 = $9,387 \times 6,25 = 58,67 \text{ g}/100 \text{ g}$

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 18 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP EN ISO 5983-2:2009 Alimentos para animais. Determinação do teor de azoto e cálculo do teor de proteína bruta. Parte 2: Método da mineralização em bloco e destilação pelo vapor.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>O valor final apresentado no boletim analítico, 58,64g/100 g, difere destes cálculos pois a fórmula que se encontra definida no LIMS arredonda o valor 1,4007 para 1,4. A fórmula no LIMS já foi alterada para ficar de acordo com o definido na norma.</p> <p>b) Os resultados são expressos em g/100 g. No teor em azoto o arredondamento é feito com três casas decimais e no teor de proteína bruta com duas casas decimais.</p>
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 3: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016-09-14). - Certificado de habilitações – OK - CV - OK - Atualizado em 2017-02-05. b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25 Descrição de funções, Fátima Santos (data 2015-01-15). IQ.26 Lista de competências (a analista adquiriu competência para este ensaio antes de Junho de 2012).
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) Sim. Janeiro de 2016 – Silliker - Amostra n.º 2016/003733. Fevereiro de 2016 – Bipea - Amostra n.º 2016/005698. Maio de 2016 – Bipea - Amostra n.º 2016/030045. Setembro de 2016 – Bipea - Amostra n.º 2016/063168. c) NA.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 18 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP EN ISO 5983-2:2009 Alimentos para animais. Determinação do teor de azoto e cálculo do teor de proteína bruta. Parte 2: Método da mineralização em bloco e destilação pelo vapor.
Item	C	NC	NA	Comentários
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. O DPCS utilizado na auditoria presencial e na auditoria vertical foi o infant cereal, barcode PR1193-NOV16, associado ao PAFQ.063 (foi utilizado pois nas séries de trabalho foi o método mais realizado). O DPCS associado à NP EN ISO 5983-2 é o soy flour barcode PR0135-NOV16. b) Sim. c) Sim. Barcode PR1193-NOV16 - RSD < 2% - 1,54%. Barcode PR0135-NOV16 - RSD < 1,5% - 0,79%. d) NA.
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável				

Anexo 16: NP 3294:2005 Gelados alimentares e misturas embaladas para congelar. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Rose Göttlieb – Método de referência.

Tabela 23. Relatório da auditoria técnica ao método NP 3294:2005 Gelados alimentares e misturas embaladas para congelar. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Rose Göttlieb – Método de referência.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 22, 23, 24 e 25 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 3294:2005 Gelados alimentares e misturas embaladas para congelar. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Rose Göttlieb – Método de Referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. NP 3294:2005. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Lacticínios – Normas Portuguesas – Pasta 1 e Pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.6 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, 2016-11-23.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2017/019677 (gelado). b) Lista de trabalho n.º 2017/019677. c) Balança 38A e 2E; Estufa 14B; Sonda de trabalho 86X; Cronómetro 59H; Banho 9E; Sonda de trabalho 86DT; Termómetro 19N; Hotte 44B.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	X			a) Sim. IQ.23.2D Determinação de matéria gorda – Lácteos e ovos e IQ.142.5 Registo de ensaios em branco. b) Sim. Impresso IQ.23.2D validado em 2017-04-21 e impresso IQ.142.5 validado em 2016-06-21.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 22, 23, 24 e 25 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 3294:2005 Gelados alimentares e misturas embaladas para congelar. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Rose Göttlieb – Método de Referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 38A e 2E; massas 63, 75, 76, 104 e 183; termómetro 19N; sonda de referência 110G; estufa 14B; sonda de trabalho 86X; sondas de referência 110H; conta-minutos 59H; cronómetro de referência 58; banho 9E; sonda de trabalho 86DT; hotte 44B; anemómetro 131; banho 16J; sonda de trabalho 86CX. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Os equipamentos balança 38A, massas 63, 75, 76 e 183, estufa 14B, banho 9E, sondas de referência 110G e 110H, cronómetro de referência 58 e banho 16J têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA). - Os equipamentos 19N, 86X e 86CX têm a etiqueta de verificação (IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura).

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 22, 23, 24 e 25 de Maio de 2017 Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva Método: NP 3294:2005 Gelados alimentares e misturas embaladas para congelar. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Rose Göttlieb – Método de Referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) <u>Estufa 14B</u> b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo EIA em 2017-03-29, certificado de calibração n.º ES-3648TP-17 emitido em 2017-05-02. Apto em 2017-05-18. Próxima calibração a 2018-05. VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - os registos encontram-se atualizados. MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2017-05-02. c1) NA. d1) Sim. a2) <u>Sonda 86X associada ao equipamento 14B</u> b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. CALIBRAÇÃO: Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86X: sonda 110H calibrada pelo EIA em 2016-09-02, certificado de calibração n.º 7056/16 emitido em 2016-09-02. Apto em 2016-09-13. Próxima calibração a 2017-09. VERIFICAÇÃO: Data de verificação: Novembro de 2016, próxima verificação a Novembro de 2017. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d2) Sim. a3) <u>Banho 9E</u> b3) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.05.3 Banhos e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 22, 23, 24 e 25 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 3294:2005 Gelados alimentares e misturas embaladas para congelar. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Rose Göttlieb – Método de Referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo EIA em 2016-06-29, certificado de calibração n.º 5068/16 emitido em 2016-07-06. Apto em 2016-07-19. Próxima calibração a 2017-07. VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento. MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2017-04-27.</p> <p>c3) NA. d3) Sim.</p> <p>a4) <u>Sonda 86DT associada ao equipamento 9E</u></p> <p>b4) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Não há evidências da sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86DT. VERIFICAÇÃO: Não possui etiqueta de verificação - Não conformidade já detetada e registada NC 1356/Q/Jun2017.</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c4) IQ.259.0 Verificação interna – Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d4) Sim.</p> <p>a5) <u>Banho 16J</u></p> <p>b5) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.05.3 Banhos e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo EIA em 2016-10-04, certificado de calibração n.º 7971/16 emitido em 2016-10-05. Apto em 2016-11-04. Próxima calibração a 2017-10. VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento. MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2017-04-27.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 22, 23, 24 e 25 de Maio de 2017 Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva Método: NP 3294:2005 Gelados alimentares e misturas embaladas para congelar. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Rose Göttlieb – Método de Referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
				c5) NA. d5) Sim. a6) <u>Sonda 86CX associada ao equipamento 16J</u> b6) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. CALIBRAÇÃO: Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86CX: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16. Apto em 2015-07-24. Próxima calibração a 2016-07 e sonda 110H calibrada pelo CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.º LMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. VERIFICAÇÃO: Data de verificação: Maio de 2016, próxima verificação a Maio de 2017. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK c6) IQ.259.0 Verificação interna – Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d6) Sim. a7) <u>Termómetro 19N</u> b7) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. CALIBRAÇÃO: Sonda de referência utilizada na verificação do termómetro 19N: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16. Apto em 2015-07-24. Próxima calibração em 2016-07. VERIFICAÇÃO: Verificado em maio de 2016, próxima verificação em maio de 2017 (verificação realizada a 65±1°C). MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c7) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 22, 23, 24 e 25 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 3294:2005 Gelados alimentares e misturas embaladas para congelar. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Rose Göttlieb – Método de Referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
				temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d7) Sim.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 22, 23, 24 e 25 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 3294:2005 Gelados alimentares e misturas embaladas para congelar. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Rose Göttlieb – Método de Referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Pipetas volumétricas e graduadas b1) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material de vidro volumétrico. Lote 0503 (50 ml) e lotes D14 e 0458 (10ml) - OK c1) NA. D1) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Balança 38A b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2017-03-29, certificado de calibração n.º CL-3603MS-17, emitido pelo EIA em 2017-04-27, apto em 2017-05-1, próxima calibração em 2018-04. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – 2017-05-22. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim. a2) Balança 2E b2) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-05-03, certificado de calibração n.º3240/16, emitido pelo EIA em 2016-05-05, apto em 2016-06-15, próxima calibração

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 22, 23, 24 e 25 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 3294:2005 Gelados alimentares e misturas embaladas para congelar. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Rose Göttlieb – Método de Referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>em 2017-05. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – 2017-05-24 e 25. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c2) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d2) Sim.</p> <p>a3) <u>Massas utilizadas na verificação das balanças</u></p> <p>b3) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO:</p> <p>Massa de 5mg (104): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7290/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 1g (183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7305/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 10g (76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7309/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 100g (75): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7306/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 500g (68): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7307/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>c3) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d3) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 22, 23, 24 e 25 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 3294:2005 Gelados alimentares e misturas embaladas para congelar. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Rose Göttlieb – Método de Referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	X			<p>a1) Conta-minutos 59H</p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. CALIBRAÇÃO: Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro nº 58. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.54.0B Boletim de verificação interna - Conta minutos, verificação realizada em 2017-01-12. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) Cronómetro de referência n.º 58</p> <p>b2) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo EIA em 2016-07-20, certificado de calibração n.º 6056-16 emitido em 2016-07-20. Apto em 2016-07-28. Próxima calibração a 2017-07. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c2) Sim. d2) Sim.</p> <p>a3) Hotte 44B</p> <p>b3) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.08.0 Verificação da velocidade do ar - Hottes e CFL - último registo a 2016-09-14. NOTA: Constatou-se que foram obtidos valores fora do limite de aceitação - 0,25 a 0,5 m/s (Ver impresso IQ.08.0 Verificação da velocidade do ar Hottes e CFL). Não há evidências do registo desta NC. - NC já registada 1132/Q/Jan2017. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c3) NA. d3) Sim.</p> <p>a4) Anemómetro 131</p> <p>b4) Verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 22, 23, 24 e 25 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 3294:2005 Gelados alimentares e misturas embaladas para congelar. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Rose Göttlieb – Método de Referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
				PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. VERIFICAÇÃO: Não foi evidenciada a verificação do anemómetro (verificação efetuada aquando da calibração externa da câmara de fluxo laminar) - NC já detetada e registada NC 1092/Q/Dez2016. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK c4) NA. D4) Não.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?	X			a1) Hidróxido de amónio : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do hidróxido de amónia (B5) (lote: 16A070509) e o IQ.142.5 Registo de ensaios em branco. b1) Sim. a2) Éter de petróleo : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do éter de petróleo (D2) (lote: 17C134018) e o IQ.142.5 Registo de ensaios em branco. b2) Sim. a3) Éter etílico : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do éter dietílico (D8) (lote: STBG5709V) e o IQ.142.5 Registo de ensaios em branco. b3) Sim. a4) Álcool etílico 96% : Sim. Verificado o registo no IQ.197.1 Controlo dos reagentes do etanol absoluto (D9) (lote: 16L214006), e o IQ.142.5 Registo de ensaios em branco. b4) Sim.
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.		X (b) (c)		a) Repetibilidade definida na norma. b) Precisão intermédia atualizada em 2006-02-14. c) Incerteza atualizada em 2007-02-23. É necessária revalidação.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2017/037490. b) Lista de trabalho n.º 2017/019677. c) Boletim analítico n.º 42527/EGI/17.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 22, 23, 24 e 25 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 3294:2005 Gelados alimentares e misturas embaladas para congelar. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Rose Göttlieb – Método de Referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) Sim. b) Sim. 2E, 38A, 19N, 14B e 9E. c) Sim. Verificado no IQ.23.2D Determinação de matéria gorda – Lácteos e ovos.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Sim. Teor de matéria gorda (1) m_0 = massa da toma = 5,154 g m_1 = massa do balão utilizado no ensaio contendo a matéria gorda após as secagens sucessivas = 37,0645 g m_2 = massa do balão utilizado no ensaio após secagem = 36,5794 g m_3 = massa do balão utilizado no ensaio em branco contendo alguma matéria gorda extraída após secagem = 44,7867 g m_4 = massa do balão utilizado no ensaio em branco após secagem = 44,7867 g Teor de matéria gorda = $\frac{((m_1 - m_2) - (m_3 - m_4))}{m_0} \times 100 = \frac{((37,0645 - 36,5794) - (44,7867 - 44,7867))}{5,154} \times 100 = 9,4121 \text{ g/100 g}$ b) Os resultados são expressos em g/100 g, com arredondamento a duas casas decimais.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 22, 23, 24 e 25 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 3294:2005 Gelados alimentares e misturas embaladas para congelar. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Rose Göttlieb – Método de Referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 3: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016-09-14). - Certificado de habilitações – OK - CV - OK - Atualizado em 2017-02-05. b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25 Descrição de funções, Fátima Santos (data 2015-01-15). IQ.26 Lista de competências (a analista adquiriu competência para este ensaio antes de Junho de 2012).
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) Sim. Amostra cega - Novembro de 2016 – Amostra n.º 2016/086321. c) NA.
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. Apesar de não estar associado ao método NP 3294, a analista realiza sempre com este método o DPCS milk powder (barcode PR056-NOV16), associado ao método ISO 1736. b) Sim. c) Não. RSD > 1% - 1,84%, o RSD encontra-se superior ao definido no SOP.08. d) NC 1396/Q/Jun2017, aberta em 2017-06-12, por Laura Sousa.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 22, 23, 24 e 25 de Maio de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: NP 3294:2005 Gelados alimentares e misturas embaladas para congelar. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Rose Göttlieb – Método de Referência.
Item	C	NC	NA	Comentários
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável				

Anexo 17: EN 12822:2014 Foodstuffs – Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography – Measurement of α -, β -, γ - and δ - tocopherol.

Tabela 24. Relatório da auditoria técnica ao método EN 12822:2014 Foodstuffs – Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography – Measurement of α -, β -, γ - and δ - tocopherol.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 21 e 22 de Junho de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN 12822:2014 Foodstuffs. Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography – Measurement of α -, β -, γ - and δ -tocopherol.
Item	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. EN 12822:2014. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Normas Foodstuffs – Normas EN – Pasta 1 – e Pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?		X		A analista possui a cópia controlada (na capa das cópias das normas e procedimentos) com a data de 2015-11-18, no entanto esta cópia não se encontra registada no impresso IQ.11.6 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			A amostra foi preparada no próprio dia do ensaio como definido no PAFQ.044.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2017/041124 (produto acabado). b) Lista de trabalho n.º 2017/021019. c) Balança 38C; Cronómetro 59AK; Manta elétrica 29L; Espectrofotómetro 78C; Congelador 35A; Sonda de trabalho 191I; Evaporador rotativo 30C; Sonda de trabalho 86F; Sistema HPLC 97; Moinho de laboratório 130B; Hotte 44F.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?		X (b)		a) Sim. IQ.76.1K Reta de calibração da vitamina E, IQ.166.2 Soluções de referência para a construção da reta de calibração e IQ.168.0E Concentração das soluções de referência para HPLC – Vitamina E. b) Sim. Impresso IQ.76.0K validado em 2016-01-18, impresso IQ.166.2 validado em 2016-04-11 e impresso IQ.168.0E validado em 2016-05-09. O impresso IQ.76.1K não se encontra validado.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 21 e 22 de Junho de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN 12822:2014 Foodstuffs. Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography – Measurement of α -, β -, γ - and δ -tocopherol.
Item	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).		X (a2)		a1) Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 38C; massas 68, 75 e 76; agitador 189; conta-minutos 59AK; cronómetro de referência 58; espectrofotómetro 78C; filtro de Hólmio 81; congelador 35A; sonda de trabalho 191I; sonda de referência 102E; moinho granulador de laboratório 130B; micropipetas 82AG e 82AD; bomba de vácuo 28I; evaporador rotativo 30B; sonda de trabalho 86F; sonda de referência 110H; sistema HPLC 97; hotte 44F; anemómetro 131. a2) Não foi evidenciado o registo no impresso IQ.13.3 da manta elétrica 29L. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Os equipamentos balança 38C, massas 68, 75 e 76, congelador 35A, sondas de referência 102E e 110H, micropipetas 82AG e 82AD, cronómetro de referência 58 e espectrofotómetro 78C têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA). - Os equipamentos 59AK, 191I e 86F têm a etiqueta de verificação (IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.222.0 Verificação dos equipamentos de contagem de tempo).

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 21 e 22 de Junho de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN 12822:2014 Foodstuffs. Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography – Measurement of α -, β -, γ - and δ -tocopherol.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Temperaturas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>		X (b4)		<p>a1) <u>Manta elétrica 29L</u></p> <p>b2) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.01.0 Agitadores, placas e mantas. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK c2) NA. d2) Sim.</p> <p>a2) <u>Congelador 35A</u></p> <p>b2) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.14.1 Frigoríficos e congeladores e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento – o equipamento foi verificado nos dias 2017-06-21/22. MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2017-06-01. c2) NA. d2) Sim.</p> <p>a3) <u>Sonda 191l associada ao equipamento 35A</u></p> <p>b3) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. CALIBRAÇÃO: Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191l: sonda 102E calibrada pelo EIA em 2017-04-04, certificado de calibração n.º CL-3873TP-17 emitido em 2017-04-04. Apto em 2015-07-24. Próxima calibração em 2017-04. VERIFICAÇÃO: Data de verificação: Junho de 2017, próxima verificação a Junho de 2018. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c3) IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2017-01-17. d3) Sim.</p> <p>a4) <u>Evaporador rotativo – 30C</u></p> <p>b4) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.40.0 Evaporador rotativo.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 21 e 22 de Junho de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN 12822:2014 Foodstuffs. Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography – Measurement of α -, β -, γ - and δ -tocopherol.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento (constatou-se que este equipamento não foi verificado nos dias 2017-06-21/22).</p> <p>MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento (constatou-se que não foi efetuada manutenção, última manutenção realizada em 2017-04-17). E no impresso evidenciou-se a falta de preenchimento do campo "Procedimento".</p> <p>c4) NA. d4) Sim.</p> <p>a5) <u>Sonda 86F associada ao equipamento 30C</u></p> <p>b5) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86F: sonda 110H calibrada pelo EIA em 2016-09-02, certificado de calibração n.º 7056/16 emitido em 2016-09-02. Apto em 2016-09-13. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Data de verificação: Fevereiro de 2017, próxima verificação a Fevereiro de 2018.</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c5) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-0. d5) Sim.</p> <p>a6) <u>Bomba de vácuo 28I associada ao equipamento 30C</u></p> <p>b6) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.38.0 Bombas de vácuo.</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c6) NA. d6) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 21 e 22 de Junho de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN 12822:2014 Foodstuffs. Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography – Measurement of α -, β -, γ - and δ -tocopherol.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Volumes:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>		X (b2) (b3)		<p>a1) Balão volumétrico</p> <p>b1) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material de vidro volumétrico.</p> <p>Lote 0488 (2000 ml), lote 0596 (1000 ml), lote E4 (500 ml) – OK</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) Provetas (500 ml)</p> <p>b2) Material de vidro classe B (não são identificados nas provetas os respetivos lotes) - Não cumpre como o definido no PEQ.07 Material volumétrico de vidro: "Medir volumes é uma tarefa do quotidiano do laboratório. São utilizados, maioritariamente: balões volumétricos, provetas, pipetas graduadas ou volumétricas, buretas, sempre de classe A e AS"</p> <p>c2) NA. d12) Não (ver alínea b).</p> <p>a3) Micropipeta 82AD e 82AG</p> <p>b3) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Micropipeta 82AD calibrada pelo Frilabo em 2017-06-07, certificado de calibração n.º 01653 emitido em 2017-06-07. Apto em 2017-06-12. Próxima calibração a 2017-09. Micropipeta 82AG calibrada pelo Frilabo em 2017-06-06, certificado de calibração n.º 01650 emitido em 2017-06-06. Apto em 2017-06-12. Próxima calibração a 2017-09. VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.45.1 Verificação diária das micropipetas – 2017-06-21. Constatou-se que a micropipeta 82AG não foi verificada neste dia.</p> <p>c3) NA. d3) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 21 e 22 de Junho de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN 12822:2014 Foodstuffs. Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography – Measurement of α -, β -, γ - and δ -tocopherol.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Massas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	X			<p>a1) Balança 38C</p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2017-03-29, certificado de calibração n.º CL-3604MS-17, emitido pelo EIA em 2017-04-27, apto em 2017-05-18, próxima calibração em 2018-04. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – 2017-06-21. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d1) Sim.</p> <p>a2) Massas utilizadas na verificação da balança 38C</p> <p>b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO:</p> <p>Massa de 10g (76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7309/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 100g (75): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7306/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>Massa de 500g (68): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7307/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09.</p> <p>c2) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d2) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 21 e 22 de Junho de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN 12822:2014 Foodstuffs. Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography – Measurement of α -, β -, γ - and δ -tocopherol.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>		X (b2) (b5)		<p>a1) Sistema HPLC 97</p> <p>b1) Utilização realizada de acordo com o definido nos procedimentos PEQ.68.0 Bombas de HPLC e PEQ.32.0 Detetores de MIA, e manutenção realizada de acordo com o definido no procedimento PME.41.0 Manutenção do equipamento bombas de HPLC. MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.10 – Manutenção ok.</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) Espectrofotómetro 78C</p> <p>b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.50.1 Espectrofotómetro UV/Vis.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibrado pelo SOQUILAB em 2016-09-22, certificado de calibração n.º 16.09.0904 emitido em 2016-09-22. Apto em 2016-09-28. Próxima calibração a 2017-09. VERIFICAÇÃO: Última verificação semanal realizada em 2017-06-07 (não cumpre com a periodicidade definida no PEQ.50.1). Última verificação mensal realizada no dia 2017-06-05 – verificado o impresso IQ.165.4 Análise de verificação do espectrofotómetro com o filtro de hólmio. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c2) IQ.165.4 Análise de verificação do espectrofotómetro com o filtro de hólmio, validado em 2015-09-17. d2) Sim.</p> <p>a3) Conta-minutos 59AK</p> <p>b3) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro nº 58. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.54.1B Boletim de verificação interna - Conta minutos, verificação realizada em 2017-01-12. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c3) NA. d3) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 21 e 22 de Junho de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN 12822:2014 Foodstuffs. Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography – Measurement of α -, β -, γ - and δ -tocopherol.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>a4) <u>Cronómetro de referência n.º 58</u> b4) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo EIA em 2016-07-20, certificado de calibração n.º 6056 emitido em 2016-07-20. Apto em 2016-07-29. Próxima calibração a 2017-07. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c4) Sim. d4) Sim.</p> <p>a5) <u>Aagitador 189</u> b5) Utilização e manutenção não estão definidas no procedimento PEQ.01.0 Agitadores, placas e mantas. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c5) NA. d5) Ver alínea b5).</p> <p>a6) <u>Moinho granulador de laboratório 130B</u> b6) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.16.1 Homogeneizadores e verificação realizada de acordo com o PAFQ.044.3 Métodos de preparação das amostras para análise. VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c6) IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras, validado em 2015-02-12. d6) Sim.</p> <p>a7) <u>Hotte 44F</u> b7) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.08.0 Verificação da velocidade do ar - Hottes e CFL - último registo a 2016-09-14. NOTA: Constatou-se que foram obtidos valores fora do limite de aceitação - 0,25 a 0,5 m/s (Ver impresso IQ.08.0 Verificação da </p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 21 e 22 de Junho de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN 12822:2014 Foodstuffs. Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography – Measurement of α -, β -, γ - and δ -tocopherol.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>velocidade do ar Hottes e CFL). Não há evidências do registo desta NC. - NC já registada 1132/Q/Jan2017. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c7) NA. d7) Sim.</p> <p>a8) <u>Anemómetro 131</u></p> <p>b8) Verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Não foi evidenciada a verificação do anemómetro (verificação efetuada aquando da calibração externa da câmara de fluxo laminar) - NC já detetada e registada NC 1092/Q/Dez2016. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c8) NA. d8) Não.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 21 e 22 de Junho de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN 12822:2014 Foodstuffs. Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography – Measurement of α -, β -, γ - and δ -tocopherol.
Item	C	NC	NA	Comentários
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis?</p> <p>b) Existem os certificados de lote?</p>		X (a6) (a7) (a8) (b8) (a10)		<p>a1) <u>Etanol absoluto</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do etanol absoluto (D9) (lote: 17B224006). b1) Sim.</p> <p>a2) <u>Hidróxido de potássio</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do hidróxido de potássio (B6) (lote: 17A094114). b2) Sim.</p> <p>a3) <u>Pirogalol</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do pirogalol (F19) (lote: BCBS4387V). b3) Sim.</p> <p>a4) <u>n-hexano</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do n-hexano (D19) (lote: 17A204014). b4) Sim.</p> <p>a5) <u>Sulfato de sódio anidro</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do sulfato de sódio anidro (C56) (lote: V6E490066N). b5) Sim.</p> <p>a6) <u>2-propanol</u>: Não. Não foi verificado o registo no IQ.197.1 Controlo dos reagentes do 2-propanol (D15) (lote: 17B134018). b6) Sim.</p> <p>a7) <u>2-2 Trimetilpentano</u>: Não. Não foi verificado o registo no IQ.197.1 Controlo dos reagentes do 2-2 trimetilpentano (D4) (lote: 16K254001). b7) Sim.</p> <p>a8) <u>α-tocoferol</u>: Não. No IQ.197.1 Controlo dos reagentes não foi identificado o código de identificação do α-tocoferol (F119) (lote: 090M1665V), verificado o IQ.168.0E Concentração das soluções de referência para HPLC – Vitamina E. b8) Não foi evidenciado certificado de lote por falta do código de identificação.</p> <p>a9) <u>Kit para verificação das abs do esp UV/Vis</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes (F245) (lote: HC69278658). b9) Sim.</p> <p>a10) <u>Coluna HPLC</u>: Não. Não foi verificado o registo no IQ.198.0 Controlo dos consumíveis (2M) (lote: E128930). b10) Sim.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 21 e 22 de Junho de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN 12822:2014 Foodstuffs. Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography – Measurement of α -, β -, γ - and δ -tocopherol.
Item	C	NC	NA	Comentários
A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	X			a) Repetibilidade definida na norma. b) Precisão intermédia atualizada. c) Incerteza atualizada.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2017/039506. b) Lista de trabalho n.º 2017/020327. c) Boletim analítico n.º 45832/EGI/17.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) NA. b) Sim. 38C e 97. c) Sim. Verificado no IQ.76.0K Reta da vitamina E.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Sim. Teor de α -tocoferol As = área do pico obtida a partir da solução que contém a amostra = 373,31525 Ast = área do pico obtida a partir da solução standard = 75,55662 V = volume total da solução que contém a amostra = 10 ml ρ = concentração do tocoferol na solução standard = 20,81589833 $\mu\text{g/ml}$ m = massa da toma = 2,631 g Vst = volume de injeção da solução standard = 30 μl

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 21 e 22 de Junho de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN 12822:2014 Foodstuffs. Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography – Measurement of α -, β -, γ - and δ -tocopherol.
Item	C	NC	NA	Comentários
				<p>Vs = volume de injeção da solução que contém a amostra = 30 μl</p> $W = (As \times \rho \times V \times Vst) / (Ast \times m \times Vs \times 1000) \times 100 = (373,31525 \times 20,81589833 \times 10 \times 30) / (75,55662 \times 2,631 \times 30 \times 1000) \times 100 = 39,1 \text{ mg/ } 100\text{g.}$ <p>b) Os resultados são expressos em mg/100 g.</p>
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			<p>a) Pasta de recursos humanos 3: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica – OK (2016-09-14) - Certificado de habilitações – OK - CV - OK - Atualizado em 2017-01-24. b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25 Descrição de funções, Joana Rangel (2015-04-16). IQ.26 Lista de competências (a analista adquiriu competência para este ensaio antes de Junho de 2012).</p>
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			<p>a) Sim. b) Sim. Fevereiro de 2016 – Bipea Azeite - Amostra n.º 2016/005740. Abril de 2016 – Silliker - Amostra n.º 2016/027199. Junho de 2016 – Bipea Azeite - Amostra n.º 2016/038322. Junho de 2016 – Bipea Diet - Amostra n.º 2016/038316. Julho de 2016 – Amostra cega - Amostra n.º 2016/051724. Setembro de 2016 – Bipea Azeite - Amostra n.º 2016/063207. Outubro de 2016 – Silliker - Amostra n.º 2016/072903. Novembro de 2016 – Silliker - Amostra n.º 2016/078762. c) Sim. NC234/Q/Março2016, fechada em 2016-08-08 por LF.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Data da auditoria: 21 e 22 de Junho de 2017
				Auditora: Mafalda Costa e Liliana Silva
				Método: EN 12822:2014 Foodstuffs. Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography – Measurement of α -, β -, γ - and δ -tocopherol.
Item	C	NC	NA	Comentários
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. DPCS Infant cereal (barcode PR043-NOV16). b) Sim. c) Não. RSD > 10% - 13,75%, o RSD encontra-se superior ao definido no SOP.08. d) NA.
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável				